

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-012894

(43)Date of publication of application : 15.01.2002

(51)Int.Cl.

C11D 7/50
B08B 3/08
B08B 3/10
C11D 7/24
C11D 7/26
C11D 7/28
C11D 7/32
C11D 7/34
C11D 7/36
C23G 5/032
C23G 5/04

BEST AVAILABLE COPY

(21)Application number : 2000-195186

(71)Applicant : ASAHI KASEI CORP

(22)Date of filing : 28.06.2000

(72)Inventor : KATO KENICHI
MATSUMOTO SHIYOUJI

(54) LOW IGNITABLE CLEANSER, METHOD FOR CLEANSING AND DEVICE FOR CLEANSING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a cleanser which exhibits high cleansing abilities against all types of stains, prevents oxidative deterioration under high temperature on stream cleansing treatments and so on, is low toxic, exhibits high material stability for articles to be cleansed, has low ignitability, and is never liable to cause the disruption of the ozonosphere, and to provide a cleansing method and a cleansing device which are suitable for the cleanser.

SOLUTION: This low ignitable cleanser is obtained by adding one or more compounds selected from glycol ethers to methyl perfluorobutyl ether and/or methyl perfluoroisobutyl ether, and then further adding a glycol ether acetate, a hydroxycarboxylic ester or the like to the mixture.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

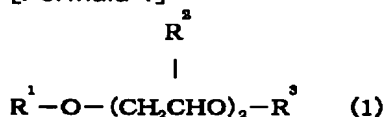
CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] (a) The cleaning agent of low inflammability whose combination weight ratio [of a component (a) and a component (b)] (a)/(b) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether, and one sort or two sorts or more of compounds chosen from (b) glycol ether are contained, and is 10 / 90 – 49/51.

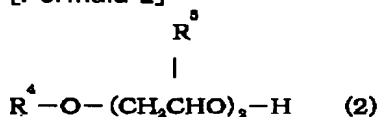
[Claim 2] (b) The cleaning agent containing one sort or two sorts or more of compounds chosen from the group which glycol ether becomes from the compound expressed with the following general formula (1) and (2) according to claim 1.

[Formula 1]



(The inside R1 and R3 of a formula expresses the alkyl group, alkenyl radical, or cycloalkyl radical of carbon numbers 1–4, and R2 expresses hydrogen or methyl group.)

[Formula 2]



(The inside R4 of a formula expresses the alkyl group, alkenyl radical, or cycloalkyl radical of carbon numbers 1–4, and R5 expresses hydrogen or methyl group.)

[Claim 3] (c) The cleaning agent containing the compound more than a kind chosen from the group which consists of glycol ether acetate and hydroxycarboxylic acid ester according to claim 1 to 2.

[Claim 4] (d) The cleaning agent containing the addition component whose boiling point in 1.013x105Pa is 20 degrees C – 100 degrees C according to claim 1 to 3.

[Claim 5] (e) The cleaning agent according to claim 1 to 4 which is chosen from the group which consists of a phenolic antioxidant, an amine system antioxidant, the Lynn system antioxidant, a sulfur system antioxidant, and an ultraviolet ray absorbent and which contains more than a kind at least.

[Claim 6] The washing approach characterized by the rinse and/or carrying out steamy washing with the constituent containing (f) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether after a cleaning agent according to claim 1 to 5 washes washing-ed.

[Claim 7] The washing approach according to claim 6 which is a thing containing at least a kind of component or compound chosen from the group which a constituent (f) becomes from an addition component (d) and a compound (e).

[Claim 8] (A) A cleaning tank for a cleaning agent according to claim 1 to 5 to wash washing-ed, (B) The steamy generating tub for generating the steam of the at least a kind of component or compound contained in the constituent (f) which does not have a rinse tub for carrying out a rinse with a constituent (f), and the flash point, The washing station which has the device in which the water separation tub for removing moisture from the obtained condensate after condensing the steamy zone for carrying out steamy washing with the steam generated from this steamy generating tub and the steam which carried out (C) generating, and the condensate removed in moisture are returned to a rinse tub (B).

[Claim 9] The washing station which has the device in which the condensate removed in the steamy zone, the water separation tub (C), and the moisture for carrying out steamy washing with the steam generated from the cleaning tank (A) of claim 8 which has a heating device for generating the steam of the at least a kind of component or compound which constitutes a cleaning agent according to claim 1 to 5, the rinse tub (B), and

(D) this cleaning tank (A) is returned to this cleaning tank (A).

[Claim 10] The washing station which has the device which carries out the shower rinse of this condensate in a steamy zone (D) instead of a rinse tub (B) in claim 9.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Field of the Invention] This invention relates to the washing approach and washing station suitable for a suitable cleaning agent to wash the flux used at the time of soldering of various processing oil, grease, waxes, and electric electronic parts at the time of processing of a precision machinery component, optical instrument components, etc., and its cleaning agent.

[0002]

[Description of the Prior Art] Although grease, such as various processing oil, for example, cutting oil, a press oil, a drawing oil, heat treating oil, slushing oil, and a lubricating oil, or waxes are used at the time of processing of a precision machinery component, optical instrument components, etc., it is necessary to remove these dirt eventually, and, generally clearance by the solvent is performed. Moreover, although soldering is most generally performed as the junction approach of an electronic circuitry, it is the object of clearance defecation of the oxide of the surface of metal which should be soldered, reoxidation prevention, and amelioration of pewter wettability, and processing a soldering side beforehand by flux is usually performed. By a substrate being immersed into solution-like flux as the approach of soldering etc. Although there is the approach of carrying out afterbaking which supplied to the location which should solder the approach of supplying a melting pewter and the thing which mixed the powder of flux and a pewter beforehand and was made into the shape of a paste after making flux adhere to a substrate side Anyway, since flux residue becomes metaled corrosion and the cause of insulating lowering, it is necessary to fully remove it after soldering termination.

[0003] For these washing and clearance, since it had many descriptions — the solubility which was low and was excellent in incombustibility is shown — the solvent which mixed 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane (it is called the following CFC 113), CFC113, alcohol, etc. was washing. [of toxicity] However, earth environmental pollution problems, such as ozone layer depletion, were pointed out, and, as for CFC113, the production was abolished in Japan at 1995 ends of the year. As a substitute of this CFC113 3 and 3-dichloro - 1, 1, 1, 2, A 2-pentafluoro propane, and 1, 3-dichloro - Hydrochlorofluorocarbon, such as mixture (it is called the following HCFC225) of a 1, 1, 2, 2, and 3-pentafluoro propane, and 1 and 1-dichloro-1-fluoro ethane (henceforth HCFC141b) (It is called Following HCFC) Hydro fluorocarbon (it is called Following HFC), such as a 2H and 3H-perfluoro pentane, is proposed. However, since there is ozone layer depletion ability by HCFC(s), in Japan, the activity is due to be forbidden in 2020. In order that the high thing of the global warming potential which has surfaced as a problem new at HFC in recent years may be pointed out and may control the environmental pollution in earth magnitude, the cure of reducing the burst size to atmospheric air by making structure of a soaping machine into sealing structure is needed, and an activity for a cleaning agent application becomes difficult. Furthermore, although there is no ozone layer depletion ability, such as hydro fluoro ether (it is called Following HFE) which does not contain a chlorine atom at all, and the noncombustible fluorine system solvent is proposed in recent years, since a chlorine atom is not included, if dissolution ability is low independent, it cannot be used as a cleaning agent, but the technique of the cleaning agent which combined the inflammable solvent is indicated. However, to combine an inflammable solvent, it is necessary to be a compound more than a kind as being chosen out of methyl perfluoro butyl ether with high flash point appearance depressor effect, the methyl perfluoro isobutyl ether with few carbon numbers, and such mixture, such as an alkyl group contained in the molecular structure of HFE, as it is few. There are many carbon numbers of an alkyl group also in HFE(s), for example, since [that the compound more than a kind has low flash point appearance depressor effect] it is chosen out of ethyl perfluoro butyl ether, the ethyl perfluoro isobutyl ether, and such mixture, when these and an inflammable solvent are combined, it has the problem on which the flash point appears. [at least]

[0004] Moreover, JP,10-36894,A, JP,10-212498,A, and JP,10-251692,A have a publication as a technique of

the cleaning agent which is chosen from methyl perfluoro butyl ether, the methyl perfluoro isobutyl ether, and such mixture and which combined the compound and the inflammable solvent more than a kind at least. However, in the compounding ratio in the inside of these descriptions, detergency is inferior and it may be unable to be used for washing of the flux adhering to the electric electronic parts with which high cleanliness is demanded, and washing of an oil with comparatively difficult cleaning used at the time of press working of sheet metal of a steel plate, or drawing processing.

[0005] Like the above, with the cleaning agent proposed so far as a substitute of CFC113 Even if washing is possible, the activity will be forbidden according to the problem of ozone layer depletion in the future, or Since there is danger of ignition, the actual condition is having many problems, when using it as a cleaning agent — facility cost's going up although a facility of a soaping machine etc. is made into an explosion-proof construction, or the detergency as a cleaning agent being insufficient for it.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention showing a high detergency and preventing the oxidation degradation under the elevated temperatures at the time of steamy washing etc. to all the types in washing of dirt, it is low toxicity and makes it a technical problem to offer the washing approach and washing station suitable for the cleaning agent which does not have the flash point and does not have fear of ozone layer depletion, and its cleaning agent.

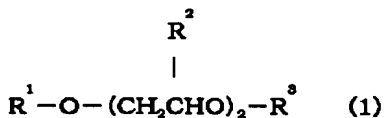
[0007]

[Means for Achieving the Goal] In order that this invention person may attain the above-mentioned technical problem, the property of not having the flash point of methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether is employed efficiently. As a result of repeating examination wholeheartedly in order to find out the cleaning agent with which the flash point does not appear, (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether, (b) It found out that it was compatible in the detergency which contained one sort or two sorts or more of compounds chosen from glycol ether, and was excellent when combination weight ratio (a)/(b) was 10 / 90 – 49/51, and low inflammability. Moreover, while finding out that a cleaning effect higher than adding one or more sorts of compounds chosen from the group which consists of glycol ether acetate and hydroxycarboxylic acid ester was acquired, a header and this invention were completed [that it can be continuously used under an elevated temperature by addition of an antioxidant etc.] for the header, the washing approach which was further suitable for the cleaning agent, and the washing station.

[0008] That is, (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether, and one sort or two sorts or more of compounds chosen from (b) glycol ether are contained the first of invention, and combination weight ratio [of a component (a) and a component (b)] (a)/(b) is the cleaning agent of low inflammability which are 10 / 90 – 49/51. The second of invention is the cleaning agent of a publication in the first place [of invention containing one sort or two sorts or more of compounds chosen from the group which (b) glycol ether becomes from the compound expressed with the following general formula (1) and (2)].

[0009]

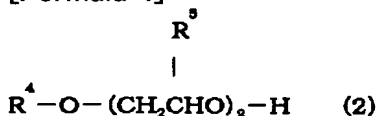
[Formula 3]



[0010] (The inside R1 and R3 of a formula expresses the alkyl group, alkenyl radical, or cycloalkyl radical of carbon numbers 1-4, and R2 expresses hydrogen or a methyl group.)

[0011]

[Formula 4]



[0012] (The inside R4 of a formula expresses the alkyl group, alkenyl radical, or cycloalkyl radical of carbon numbers 1-4, and R5 expresses hydrogen or a methyl group.)

The third of invention is the cleaning agent of the first of invention containing the compound more than a kind chosen from the group which consists of (c) glycol ether acetate and hydroxycarboxylic acid ester – the second publication. The fourth of invention is the cleaning agent of the first of invention containing the

addition component whose boiling point in (d)1.013x10⁵Pa is 20 degrees C – 100 degrees C – the third publication.

[0013] The fifth of invention is a cleaning agent of the first of invention which contains more than a kind at least – the fourth publication chosen from the group which consists of the (e) phenolic antioxidant, an amine system antioxidant, the Lynn system antioxidant, a sulfur system antioxidant, and an ultraviolet ray absorbent. After the cleaning agent of a publication washes washing-ed to the first of the sixth invention to invention – the fifth either, it is a constituent containing (f) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether, and is the washing approach characterized by the rinse and/or carrying out steamy washing.

[0014] It is the washing approach of the sixth publication invention which is a thing containing at least a kind of component or compound chosen from the group which consists of the seventh constituent (f) of invention, an addition component (d), and a compound (e). A cleaning tank for the eighth of invention to wash washing-ed with the cleaning agent of a publication to either of the 1–fifth of (A) invention, (B) The steamy generating tub for generating the steam of the at least a kind of component or compound contained in the constituent (f) which does not have a rinse tub for carrying out a rinse with a constituent (f), and the flash point, After condensing the steamy zone for carrying out steamy washing with the steam generated from this steamy generating tub, and the steam which carried out (C) generating, it is the washing station which has the device in which the water separation tub for removing moisture from the obtained condensate and the condensate removed in moisture are returned to a rinse tub (B).

[0015] The eighth cleaning tank of invention which has a heating device for generating the steam of the at least a kind of component or compound with which the ninth of invention constitutes the cleaning agent of a publication in either of the 1–fifth of invention (A), It is the washing station which has the device in which the condensate removed in the steamy zone, water separation tub (C), and moisture for carrying out steamy washing with the steam generated from the rinse tub (B) and (D) this cleaning tank (A) is returned to this cleaning tank (A). The tenth of invention is a washing station which has the device which carries out the shower rinse of this condensate in a steamy zone (D) instead of a rinse tub (B) in the ninth of invention.

[0016] Hereafter, this invention is explained to a detail. In this description, washing is removing the dirt adhering to washing-ed to the level which does not have effect in degree process. Moreover, a rinse is permuting the cleaning agent containing the dirt component adhering to washing-ed by the solvent with which a dirt component's is not contained. Furthermore, steamy washing is removing the dirt component which remains slightly on a washing-ed front face with the liquid which consists of a steamy component condensed on this washing-ed front face according to a temperature gradient with the steam with which washing-ed and this washing-ed are exposed.

[0017] (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether which are used for the cleaning agent and the constituent (f) of this invention can realize improvement in a detergency, after maintaining the flash point appearance depressor effect which is the property of (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether even when glycol ether with the flash point is added so much, although it had the high detergency in the fluorine-containing compound which does not contain the chlorine atom which is incombustibility since especially flash point appearance depressor effect is high. Moreover, as for (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether, ozone layer depletion ability turns up, a warming multiplier is also low and they are the optimal as a component of the cleaning agent which does not have an adverse effect on an environment.

[0018] In the cleaning agent of this invention, it is necessary to use the combination of one sort or two sorts or more of compounds chosen from (b) glycol ether for the purpose of the improvement of a detergency to all dirt. Glycol ether here is the compounds permuted by any one piece and the hydrocarbon residue which includes hydrocarbon residue or ether linkage although it can also creep among the hydrogen atoms of the hydroxyl group of these two individuals in the aliphatic series or the alicyclic compound which two hydroxyl groups have combined with two carbon atoms which are different from each other.

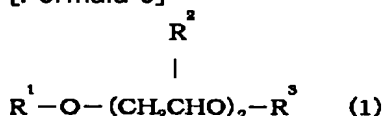
[0019] for example, as an example of glycol ether Ethylene glycol wood ether, the ethylene glycol methylethyl ether, Ethylene glycol diethylether, the ethylene glycol methyl-n-propyl ether, The ethylene glycol ethyl-n-propyl ether, the ethylene GURIKORUJI-n-propyl ether, The ethylene GURIKORUJI-i-propyl ether, ethylene glycol methyl-n-butyl ether, Ethylene glycol ethyl-n-butyl ether, ethylene glycol-n-propyl-n-butyl ether, Ethylene GURIKORUJI-n-butyl ether, ethylene GURIKORUJI-i-butyl ether, Ethylene GURIKORUJI-tert-butyl ether, diethylene-glycol wood ether, The diethylene-glycol methylethyl ether, diethylene-glycol diethylether, The diethylene-glycol methyl-n-propyl ether, the diethylene-glycol ethyl-n-propyl ether, The diethylene GURIKORUJI-n-propyl ether, the diethylene GURIKORUJI-i-propyl ether, Diethylene-glycol methyl-n-butyl ether, diethylene-glycol ethyl-n-butyl ether, Diethylene-glycol-n-propyl-n-butyl ether, diethylene GURIKORUJI-n-butyl ether, Diethylene GURIKORUJI-i-butyl ether, diethylene GURIKORUJI-tert-butyl ether,

Triethylene glycol wood ether, the triethylene glycol methylethyl ether, Triethylene glycol diethylether, the triethylene glycol methyl-n-propyl ether, The triethylene glycol ethyl-n-propyl ether, the TORIECHIRENGURIKORUJI-n-propyl ether, The TORIECHIRENGURIKORUJI-i-propyl ether, triethylene glycol methyl-n-butyl ether, Triethylene glycol ethyl-n-butyl ether, triethylene glycol-n-propyl-n-butyl ether, TORIECHIRENGURIKORUJI-n-butyl ether, TORIECHIRENGURIKORUJI-i-butyl ether, TORIECHIRENGURIKORUJI-tert-butyl ether, propylene glycol wood ether, The propylene glycol methylethyl ether, propylene glycol diethylether, The propylene glycol methyl-n-propyl ether, the propylene glycol ethyl-n-propyl ether, The propylene GURIKORUJI-n-propyl ether, the propylene GURIKORUJI-i-propyl ether, Propylene glycol methyl-n-butyl ether, propylene glycol ethyl-n-butyl ether, Propylene glycol-n-propyl-n-butyl ether, propylene GURIKORUJI-n-butyl ether, Propylene GURIKORUJI-i-butyl ether, propylene GURIKORUJI-tert-butyl ether, Dipropylene glycol wood ether, the dipropylene glycol methylethyl ether, Dipropylene glycol diethylether, the dipropylene glycol methyl-n-propyl ether, The dipropylene glycol ethyl-n-propyl ether, the Zypro pyrene GURIKORUJI-n-propyl ether, The Zypro pyrene GURIKORUJI-i-propyl ether, dipropylene glycol methyl-n-butyl ether, Dipropylene glycol ethyl-n-butyl ether, dipropylene glycol-n-propyl-n-butyl ether, Zypro pyrene GURIKORUJI-n-butyl ether, Zypro pyrene GURIKORUJI-i-butyl ether, Zypro pyrene GURIKORUJI-tert-butyl ether, tripropylene glycol wood ether, The tripropylene glycol methylethyl ether, tripropylene glycol diethylether, The tripropylene glycol methyl-n-propyl ether, the tripropylene glycol ethyl-n-propyl ether, The tripropylene GURIKORUJI-n-propyl ether, the tripropylene GURIKORUJI-i-propyl ether, Tripropylene glycol methyl-n-butyl ether, tripropylene glycol ethyl-n-butyl ether, Tripropylene glycol-n-propyl-n-butyl ether, tripropylene GURIKORUJI-n-butyl ether, Tripropylene GURIKORUJI-i-butyl ether, tripropylene GURIKORUJI-tert-butyl ether, Ethylene glycol monomethyl ether, ethylene glycol monoethyl ether, The ethylene glycol mono-n-propyl ether, the ethylene glycol mono-i-propyl ether, Ethylene glycol mono-n-butyl ether, ethylene glycol mono-i-butyl ether, Ethylene glycol mono-tert-butyl ether, the ethylene glycol mono-n-pentyl ether, Ethylene glycol monochrome-n hexyl ether, the diethylene-glycol monomethyl ether, Diethylene glycol monoethyl ether, the diethylene-glycol mono-n-propyl ether, The diethylene-glycol mono-i-propyl ether, diethylene-glycol mono-n-butyl ether, diethylene-glycol mono-i-butyl ether, diethylene-glycol mono-tert-butyl ether, a jetty The RENGU recall mono-n-pentyl ether, the diethylene-glycol mono-n-hexyl ether, The triethylene glycol monomethyl ether, the triethylene glycol monoethyl ether, The triethylene glycol mono-n-propyl ether, the triethylene glycol mono-i-propyl ether, Triethylene glycol mono-n-butyl ether, triethylene glycol mono-i-butyl ether, Triethylene glycol mono-tert-butyl ether, the triethylene glycol mono-n-pentyl ether, Triethylene glycol monochrome-n hexyl ether, propylene glycol monomethyl ether, The propylene glycol monoethyl ether, the propylene glycol mono-n-propyl ether, The propylene glycol mono-i-propyl ether, propylene glycol mono-n-butyl ether, Propylene glycol mono-i-butyl ether, propylene glycol mono-tert-butyl ether, The propylene glycol mono-n-pentyl ether, the propylene glycol mono-n-hexyl ether, Dipropylene glycol monomethyl ether, the dipropylene glycol monoethyl ether, The dipropylene glycol mono-n-propyl ether, the dipropylene glycol mono-i-propyl ether, Dipropylene glycol mono-n-butyl ether, dipropylene glycol mono-i-butyl ether, Dipropylene glycol mono-tert-butyl ether, the dipropylene glycol mono-n-pentyl ether, The dipropylene glycol mono-n-hexyl ether, tripropylene glycol monomethyl ether, The tripropylene glycol monoethyl ether, the tripropylene glycol mono-n-propyl ether, The tripropylene glycol mono-i-propyl ether, tripropylene glycol mono-n-butyl ether, Tripropylene glycol mono-i-butyl ether, tripropylene glycol mono-tert-butyl ether, The tripropylene glycol mono-n-pentyl ether, the tripropylene glycol mono-n-hexyl ether, 3-methoxybutanol, 3-methyl-3-methoxybutanol, etc. can be mentioned.

[0020] Moreover, when glycol ether is the compounds expressed with the following general formula (1), it becomes possible to be compatible in the more excellent low inflammability and the solubility superior to that of the rosin which is a flux component. Moreover, when glycol ether is the compounds expressed with the following general formula (2), it becomes possible to be compatible in the more excellent clearance nature to the metal salt of a hydrochloride, an organic acid, etc. of an amine constituting the more excellent low inflammability and the cause of ionicity residue, the polymerization rosin leading to white residue, or rosin etc.

[0021]

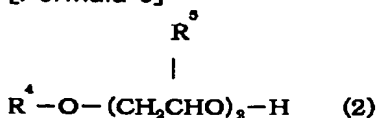
[Formula 5]



[0022] (The inside R1 and R3 of a formula expresses the alkyl group, alkenyl radical, or cycloalkyl radical of carbon numbers 1-4, and R2 expresses hydrogen or methyl group.)

[0023]

[Formula 6]



[0024] (The inside R4 of a formula expresses the alkyl group, alkenyl radical, or cycloalkyl radical of carbon numbers 1-4, and R5 expresses hydrogen or methyl group.)

As an example of glycol ether expressed with a general formula (1), diethylene-glycol wood ether, diethylene-glycol diethylether, diethylene GURIKORUJI-n-butyl ether, and dipropylene glycol wood ether can be mentioned. moreover, as an example of glycol ether expressed with a general formula (2) The diethylene-glycol monomethyl ether, diethylene glycol monoethyl ether, The diethylene-glycol mono-n-propyl ether, the diethylene-glycol mono-i-propyl ether, Diethylene-glycol mono-n-butyl ether, diethylene-glycol mono-i-butyl ether, Dipropylene glycol monomethyl ether, the dipropylene glycol monoethyl ether, The dipropylene glycol mono-n-propyl ether, the dipropylene glycol mono-i-propyl ether, dipropylene glycol mono-n-butyl ether, etc. can be mentioned.

[0025] About the weight rate of each component, in order to fulfill the high detergency which is the description of the cleaning agent of this invention, low toxicity, and low inflammability, it is required for combination weight ratio [of a component (a) and a component (b)] (a)/(b) to be 10 / 90 - 49/51. The mixture of (a) methyl perfluoro butyl ether which has a publication in JP,10-212498,A and JP,10-251692,A, and the methyl perfluoro isobutyl ether, The mixture of the cleaning agent whose combination weight ratio (a) / (b) with (b) dipropylene glycol mono-isopropyl ether are 70/30, and the (a) methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether, Combination weight ratio (a) / (c) with (c) dipropylene glycol ethyl methyl ether and the dipropylene glycol ethyl propyl ether in the cleaning agent which is 50/50 About the plastic-working oil used when performing press working of sheet metal to what [what can degrease about cutting oil with comparatively easy washing], for example, the steel plate of a thick plate, or when performing drawing processing Since the burden at the time of processing is large compared with a cut process, generally the oil with viscosity higher than cutting oil is used, and it cannot fully degrease about these plastic-working oils.

[0026] Moreover, although these cleaning agents can also wash the flux of an RMA type with few activator components added also about flux in order to remove the oxide on the front face of a substrate, or R type which does not contain an activator component When the RA type flux containing activators, such as an amine and haloid salt of a carboxylic acid, is washed, It is important also especially in an inflammable solvent that there are many weight rates of glycol ether of having a polarity, and it cannot fully wash in said cleaning agent whose weight rate of glycol ether is 50 or less.

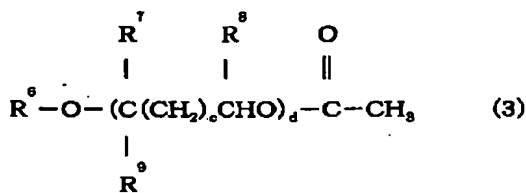
[0027] Therefore, in order to acquire the solvent power or the dispersion force improvement effect over all dirt, it is required for the weight rate of (Component b) glycol ether to be 51 or more. Moreover, low inflammability is attained when the weight rate of a component (b) is 90 or less. It depends in consideration of the balance of detergency and low inflammability, and desirable combination weight ratio (a)/(b) is 10 / 90 - 45/55, and is 10 / 90 - 40/60 still more preferably.

[0028] The cleaning agent in this invention is a cleaning agent of low inflammability which contains the above-mentioned component (a) and (b) at a predetermined rate. "Low inflammability" here means that having no flash point is admitted to a cleaning agent by the general flash point assessment trial of JIS K 2265 grade. In the cleaning agent of this invention, one or more sorts of compounds chosen from the group which consists of (c) glycol ether acetate and hydroxycarboxylic acid ester for the purpose of the improvement of a detergency to the dirt of an extensive class can be used together.

[0029] Glycol ether acetate here is the compounds which acetate-ized the glycol ether monoalkyl ether which has a hydroxyl group. Glycol ether monoalkyl ether here is the compounds permuted by the hydrocarbon residue in which any one hydrogen atom includes hydrocarbon residue or ether linkage among these hydroxyl groups in the aliphatic series or the alicyclic compound which two hydroxyl groups have combined with two carbon atoms which are different from each other. For example, the glycol ether acetate specified by the following general formula (3) can be mentioned.

[0030]

[Formula 7]



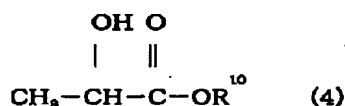
[0031] (As for the inside R6 of a formula, hydrogen or a methyl group, and a express the integer of 0-1, and b expresses [the alkyl group of carbon numbers 1-6, an alkenyl radical or a cycloalkyl radical and R7, R8 and R9] the integer of 1-4.)

As an example of glycol ether acetate, the acetate of the monoalkyl ether corresponding to ethylene glycol, a diethylene glycol, triethylene glycol, propylene glycol, dipropylene glycol, tripropylene glycol, etc., 3-methoxy-1-butyl acetate, 3-methoxy-3-methyl-1-butyl acetate, etc. can be mentioned.

[0032] Moreover, the hydroxycarboxylic acid ester used for the cleaning agent of this invention is the ester compounds which have a hydroxyl group, for example, lactate, malic-acid ester, tartrate, citrate, glycol monoester, glycerol monoester, glycerol diester, ricinoleic-acid ester, castor oil, etc. can be mentioned. The lactate especially specified by the following general formula (4) as desirable hydroxycarboxylic acid ester also in these can be mentioned.

[0033]

[Formula 8]



[0034] (R10 shows the alkyl group, alkenyl radical, or cycloalkyl radical of carbon numbers 1-6 among a formula.)

As an example of lactate, methyl lactate, ethyl lactate, butyl lactate, lactic-acid pentyl, etc. can be mentioned. When adding a component (c) further, it is more desirable that component (a)/[the combination weight (ratio a) / [(of (Component b) + component (c)] (b)+ (c)} is 10 / 90 - 49/51. When the weight rate of a component [(b) + (c)] is 51 or more, a desirable solvent power improvement effect is acquired [rather than] to various dirt, and when it is 90 or less, more desirable low inflammability can be attained. detergency — low — inflammability — balance — having taken into consideration — further — being desirable — combination — weight — a ratio — (— a —) — / — { — (— b —) — + — (— c —) — } — 10 / 90 - 45/55 — it is — much more — desirable — 10 / 90 - 40/60 — it is .

[0035] Moreover, in order to consider as the cleaning agent presentation which does not have the flash point, in 20 degrees C, less than 1.33x103Pa is desirable, especially the vapor pressure of a component (b) and a component (c) is 6.66x102Pa or less more preferably, and further 1.33x102Pa or less is desirable [vapor pressure]. In the cleaning agent and constituent (f) of this invention, the boiling point in 1.013x105Pa at 20 degrees C - 100 degrees C A component (a) according to claim 1 to 4, a component (b), and a component (c) are different compounds. A component (d) can be added as addition components, such as a detergency amelioration agent, a stabilizer, and a melting-point-lowering agent, and control of the addition of a component (b) and a component (c), improvement in detergency, improvement in the metal stability in the gaseous phase at the time of steamy washing, coagulation prevention of the cleaning agent at the time of cooling, etc. can also be aimed at.

[0036] As a component (d), it can illustrate for every class shown below, for example. As hydrocarbons, n-hexane, an isohexane, a cyclohexane, a cyclohexene, 2-methyl pentane, 2, 3-dimethyl butane, n-heptane, 2-methyl hexane, 3-methyl hexane, 2, 4-dimethyl pentane, an isooctane, etc. are mentioned. A methanol, ethanol, n-propanol, isopropanol, etc. can be mentioned as alcohols.

[0037] An acetone and a methyl ethyl ketone can be mentioned as ketones. As ester, an ethyl formate, formic-acid propyl, formic-acid isobutyl, methyl acetate, ethyl acetate, methyl propionate, ethyl propionate, etc. can be mentioned. The boiling point of a component (d) is 20 degrees C - 100 degrees C, and in order to lessen presentation fluctuation in use, it is **30 degrees C to go into the range of **40 degrees C of the boiling point of (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether desirable still more preferably.

[0038] Moreover, as for a component (d), it is desirable that it is the azeotropy Mr. constituent of the presentation approximated to (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether which are used together, an azeotropic compound, or it. A component (d) can combine one sort chosen from the

organic compound whose boiling point in 1.013x10⁵Pa is 20 degrees C – 100 degrees C, or two sorts or more. When adding a component (d), it is more desirable that combination weight ratio $\{(a)+(b)+(c)\}/(d)$ is 90 / 10 – 99.9/0.1. When the weight rate of (d) is ten or less, more desirable low inflammability can be attained and the more desirable effectiveness as a stabilizer and a melting-point-lowering agent is acquired at the time or more of 0.1. Still more desirable combination weight ratio $\{(a)+(b)+(c)\} / (d)$ is 93 / 7 – 99/1.

[0039] Moreover, a component (e) can be added in order to prevent the oxidation degradation of a cleaning agent and a constituent (f). As a component (e), it can illustrate for every class shown below, for example. As a phenolic antioxidant, 1-oxy-3-methyl-4-isopropylbenzene, 2, 4-dimethyl-6-t-butylphenol, 2, 6-G t-butylphenol, Burylhydroxyanisole, 2,6-di-t-butyl-p-cresol, 2,6-di-t-butyl-4-ethylphenol, 2, a 6-G t-butyl-4-hydroxymethyl phenol, Triethylene glycol-screw [3-(3-t-butyl-5-methyl-4-hydroxyphenyl) propionate, Compounds, such as 1,6-hexanediol-screw [3-(3, 5-G t-butyl-4-hydroxyphenyl) propionate] octadecyl-3-(3, 5-G t-butyl-4-hydroxyphenyl) propionate, can be mentioned.

[0040] As an amine system anti-oxidant, compounds, such as a diphenyl-p-phenylene diamine, 4-amino-p-diphenylamine, p, and p'-dioctyl diphenylamine, can be mentioned. As a Lynn system anti-oxidant, compounds, such as phenyl isodecyl phosphite, diphenyl JIISO octylphosphite, diphenyl diisodecyl phosphite, triphenyl phosphite, tris nonylphenyl phosphite, and screw (2, 4-G t buthylphenyl) PENTA ERIS toll diphosphite, can be mentioned.

[0041] as a sulfur system anti-oxidant — dilauryl -3 and 3' - thiodipropionic acid ester, JITORIDESHIRU -3, and 3' - thiodipropionic acid ester, dimyristyl -3, and 3' - thiodipropionic acid ester, distearyl -3, and 3' — compounds, such as - thiodipropionic acid ester, can be mentioned. As an ultraviolet ray absorbent, a 4-hydroxy benzophenone, 2-hydroxy-4-methoxybenzophenone, 2, 2' - dihydroxy-4-methoxybenzophenone and 2-hydroxy-4-methoxy -4'-chlorobenzo phenon, 2 and 2'-hydroxy-4-n-octoxybenzophenone, 2-hydroxy-4-n-octoxybenzophenone, 2, 4-dihydroxy benzophenone, a 5-chloro-2-hydroxy benzophenone, Benzophenones, such as 2, 2'-dihydroxy -4, a 4'-dimethoxy benzophenone, and a 4-dodecyl-2-hydroxy benzophenone A phenyl SARISHI rate, a 4-t-buthylphenyl SARISHI rate, 4-octyl phenyl SARISHI rate, Phenyl SARISHI rates and 2-(5-methyl-2-hydroxyphenyl) benzotriazols, such as the bisphenol A-G SARISHI rate, 2-[2-hydroxy-3 and 5-screw (alpha and alpha'-J[JIME chill benzyl) phenyl]-2H-benzotriazol, 2-(3, 5-G t-butyl-2-hydroxyphenyl) benzotriazol, 2-(3-t-butyl-5-methyl-2-hydroxyphenyl)-5-chlorobenzo triazole, 2-(3, 5-G t-amyl-2-hydroxyphenyl) benzotriazol, 2-(2'- hydroxy-4'-t-octyl phenyl) benzotriazol, Benzotriazols, such as 2-(2'-hydroxy-5'-methylphenyl) benzotriazol and 2-(2'- hydroxy-5'-t-octyl phenyl) benzotriazol, can be mentioned.

[0042] In the these-illustrated compound, the addition effectiveness of a phenolic antioxidant is high and especially 2,6-di-t-butyl-p-cresol is desirable. Moreover, it becomes possible to control the oxidative degradation of a cleaning agent for a long period of time by using together more than a kind that is chosen from the group of a phenolic antioxidant and an amine system antioxidant and that is chosen from the group of more than a kind, the Lynn system antioxidant, and the Lynn system antioxidant at least in steamy washing which carries out the heating activity of the cleaning agent continuously.

[0043] When adding a component (e), 1-1000 ppm is 10-1000 ppm more preferably to $\{(a)+(b)+(c)+(d)\}$. (a) which mentioned the cleaning agent of this invention above - (e) each component — a law — it is mixed, equalized and obtained according to a method. moreover, each component of the component (a) independence which mentioned the constituent (f) above or (a), (d), and (e) — a law — it is mixed, equalized and obtained according to a method.

[0044] In a constituent (f), when adding a component (d) for a component (a), it is more desirable that the range of the weight rate of $(a)/(d)$ is 90 / 10 – 99.9/0.1. The time when the weight rate of (d) is smaller than 10 can attain desirable low inflammability, and when larger than 0.1, the more desirable effectiveness as a stabilizer and a melting-point-lowering agent is acquired. The range of a still more desirable weight rate is 93 / 7 – 99/1. a constituent — (— f —) — setting — a component — (— e —) — adding — a case — **** — {— (— a —) — + — (— d —) —} — receiving — 1-1000 ppm — more — desirable — 10-1000 ppm — it is .

[0045] Although the cleaning agent of this invention and the melting point of a constituent (f) have desirable 15 degrees C or less, when it also takes carrying out a winter activity into consideration, 10 degrees C or less are 5 degrees C or less more desirable still more preferably. Moreover, although the cleaning agent of this invention shows the detergency which was excellent to all dirt, it fits washing of resin, such as flux, especially. In the cleaning agent and constituent (f) of this invention, various assistants, for example, a surfactant, a stabilizer, a defoaming agent, etc. may be added if needed.

[0046] The example of the various assistants which can be added to the cleaning agent and constituent (f) of this invention below is illustrated. As a surface active agent, an anion system surface active agent, a cation system surface active agent, the Nonion system surface active agent, and an amphoteric surface active agent may be added. As an anion system surface active agent, a carbon number is mentioned for alkali metal, such

as a fatty acid of 6-20, and dodecylbenzenesulfonic acid, alkanolamine, an amine salt, etc. Quarternary ammonium salt etc. is mentioned as a cation system surfactant. As a Nonion system surfactant, alkylphenol and a carbon number are mentioned for the straight chain of 8-18 or the ethyleneoxide addition product of the fatty alcohol of branching, the block polymer of polyethylene oxide polypropylene oxide, etc. A betaine mold, an amino acid mold, etc. are mentioned as an amphoteric surface active agent.

[0047] As a stabilizer, amines, such as ether, such as epoxide, such as nitroalkanes, such as nitromethane and nitroethane, and butylene oxide, and 1,4-dioxane, and triethanolamine, and benzotriazols are mentioned. As a defoaming agent, self-emulsification silicone, silicon, a fatty acid, higher alcohol, a polypropylene-glycol polyethylene glycol, a fluorochemical surfactant, etc. are mentioned.

[0048] The cleaning agent and constituent (f) of this invention can perform most effective washing by using the washing approach and washing station which are shown below. The washing approach of this invention contains a compound (b) for all the types adhering to washing-ed of dirt in (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether. The need is accepted and it is (Compound c) (d)1.013x10⁵. The addition component and the (e) phenolic antioxidant whose boiling point in Pa is 20 degrees C - 100 degrees C, By adding an amine system antioxidant, the Lynn system antioxidant, a sulfur system antioxidant, and an ultraviolet ray absorbent After the cleaning agent which shows the outstanding detergency and does not have the flash point washes, washing-ed is characterized by the rinse and/or carrying out steamy washing with the constituent (f) given in the sixth of invention of a dirt component etc., or the constituent (f) given in the seventh of invention.

[0049] Although what kind of presentation is sufficient as long as a constituent (f) is the presentation containing a component (a) The presentation which consists of an volatile high component (a) in being able to use a presentation properly if needed, for example, thinking the residual of the cleaning agent component in a washing-ed front face and control of silverfish as important is desirable. When thinking ionicity residue detergency as important, it is desirable to add the addition component whose boiling point in (d)1.013x10⁵Pa is 20 degrees C - 100 degrees C for a component (a). Effective washing is attained by combining physical approaches, such as a towel aiming at improving detergency and rinse nature, immersion, a spray, and a shower, with a washing process and a rinse process. When using the cleaning agent of this invention, the washing approach of this invention is excellent in detergency and drying, and there is also little effect to the construction material of washing-ed, and it can be said to be the washing approach for which were most suitable.

[0050] It is possible to use it, if it is common soaping machines, such as 3 tub type soaping machine used with the chlorine-based cleaning agent of trichloroethane and CFC113 grade until now, as equipment which enforces the washing approach of this invention. Although a washing station is not limited, the washing station of a publication can be mentioned to the tenth of this invention shown in a washing station given in the eighth of this invention shown in drawing 1 , a washing station given in the ninth of this invention shown in drawing 2 , and drawing 3 as a case of a concrete washing station.

[0051] An accompanying drawing explains concretely the washing approach of this invention, and a washing station below. drawing 1 — being shown — a washing station — being main — structure — ***** — a penetrant remover — putting in — a cleaning tank — (— A —) — one — a constituent — (— f —) — putting in — a rinse — a tub — (— B —) — two — and — a steam — generating — a tub — three — a constituent — (— f —) — a steam — filling — having — a steam — a zone — four — having evaporated — a constituent — (— f —) — a cooling pipe — nine — condensing — having condensed — liquid — a cooling pipe — having adhered — water — standing — separation — carrying out — a sake — water — separation — a tub — (— C —) — five — from — becoming — . being actual — washing — setting — ed — washing — dedication — a jig — a basket — etc. — putting in — a washing station — inside — a cleaning tank — (— A —) — one — a rinse — a tub — (— B —) — two — a steam — a zone — four — order — passing — making — while — washing — completing — making .

[0052] In a cleaning tank (A) 1, washing clearance of the dirt adhering to washing-ed is carried out by the cavitation generated with the ultrasonic vibrator 8, carrying out heating temperature up of the cleaning agent of this invention at a heater 7, and controlling it to constant temperature. At this time, what kind of approach adopted as old soaping machines, such as a splash and a jet in liquid of a cleaning agent, as physical force in addition to the supersonic wave may be used. a book — a washing station — setting — ed — washing — a cleaning tank — (— A —) — one — from — a rinse — a tub — (— B —) — two — moving — the time — a cleaning agent — a component — ed — washing — a front face — adhering — **** — things — ed — washing — a front face — desiccation — depending — dirt — a component — fixing — preventing — while — a rinse — a tub — (— B —) — two — moving — things — being possible — ** — becoming .

[0053] In the rinse tub (B) 2, the constituent (f) of this invention removes the dirt component which is

dissolving into the cleaning agent adhering to washing—ed. A constituent (f) goes into the steamy generating tub 3 through the overflow piping 11, 16, and 12 from the rinse tub (B) 2. a steam — generating — a tub — three — a heater — six — heating — ebullition — carrying out — having — the — a presentation — a part — or — all — a steam — becoming — an arrow head — 13 — like — a cooling pipe — nine — condensing — having had — after — piping — 14 — from — water — separation — a tub — (— C —) — five — gathering — water — dissociating — having had — a top — piping 15 — passing — the rinse tub (B) 2 — returning .

[0054] By circulating carrying out the change of state of this constituent (f) to a liquid or a gas within a washing station, the cleaning agent component and dirt component which were carried into the rinse tub (B) 2 are continuously accumulated in the steamy generating tub 3, and steamy washing in maintenance and the steamy zone 4 of the cleanliness of the rinse tub (B) 2 is attained. Since a dirt component is not contained at all in the liquid made when a steam condensed on a washing—ed front face, steamy washing performed in the steamy zone 4 filled by the steam generated in the steamy generating tub 3 is effective as finishing washing of the washing process last. Furthermore, in order to heighten a cleaning effect, it is effective to extend a temperature gradient with steam temperature and to increase the amount of condensation by the cooling pipe 10 of the rinse tub (B) 2 maintaining the temperature of a constituent (f) at low temperature, and controlling the immersed washing—ed temperature low.

[0055] Although it has the immersion tub structure where it became independent in order to use two kinds of liquid, a cleaning agent and a constituent (f), in the washing station of this invention, by using the space of each tub upper part in common as a steamy zone, the evaporation loss of (a) methyl perfluoro butyl ether from a cleaning agent and/or the methyl perfluoro isobutyl ether is controlled, and it becomes possible to decrease and to carry out long-term continuous duty of the presentation fluctuation of a cleaning agent as a result. next — drawing 2 — being shown — a washing station — being main — structure — ***** — a penetrant remover — putting in — a cleaning tank — (— A —) — 17 — a constituent — (— f —) — putting in — a rinse — a tub — (— B —) — 18 — a cleaning agent — a steam — filling — having — a steam — a zone — (— D —) — 19 — having evaporated — a cleaning agent — a cooling pipe — 23 — condensing — having condensed — liquid — a cooling pipe — having adhered — water — standing — separation — carrying out — a sake — water — separation — a tub — (— C —) — 20 — from — becoming . being actual — washing — setting — -ed — washing — dedication — a jig — a basket — etc. — putting in — a washing station — inside — a cleaning tank — (— A —) — 17 — a rinse — a tub — (— B —) — 18 — a steam — a zone — (— D —) — 19 — order — passing — making — while — washing — completing — making . When high cleanliness, such as precision washing, is called for about the number of rinse tubs, you may increase to two or more tubs if needed.

[0056] In a cleaning tank (A) 17, the cleaning agent of this invention is heated at a heater 21, and washing clearance of the dirt which adhered to washing—ed in the state of ebullition is carried out. At this time, as long as it is the physical force adopted as old soaping machines, such as a splash and a jet in liquid of a cleaning agent, as physical force, what kind of approach may be used. a book — a washing station — **** — -ed — washing — a cleaning tank — (— A —) — 17 — from — a rinse — a tub — (— B —) — 18 — moving — the time — a cleaning agent — a component — -ed — washing — a front face — adhering — things — -ed — washing — a front face — desiccation — depending — dirt — a component — fixing — preventing — while — a rinse — a tub — (— B —) — 18 — moving — things — being possible — ** — becoming .

[0057] After carrying out heating ebullition of the cleaning agent at the heater 21 of a cleaning tank (A) 17, and a part or all of the presentation serving as a steam and filling the steamy zone (D) 19 like an arrow head 25, a cooling pipe — 23 — condensing — having had — after — piping — 26 — from — water — separation — a tub — (— C —) — 20 — gathering — water — dissociating — having had — a top — piping — 27 — passing — once — a rinse — a tub — (— B —) — 18 — returning — having had — after — this — a rinse — a tub — (— B —) — 18 — from — overflowing — an arrow head — 28 — like — final — a cleaning tank — (— A —) — 17 — returning — having .

[0058] Thus, the washing station shown in drawing 2 is the fluorine-containing compound which is characterized by mixing a constituent (f) with a cleaning agent in a cleaning tank (A) 17 unlike the washing station shown in drawing 1 , and does not contain (a) chlorine atom contained in a cleaning agent and a constituent (f), and (d)1.013x10⁵. As for the addition component whose boiling point in Pa is 20 degrees C — 100 degrees C, considering as the same component is desirable. The addition component (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether which are contained in this cleaning agent and constituent (f), and whose boiling point in (d)1.013x10⁵Pa are 20 degrees C — 100 degrees C is circulated within a washing station. By making a cleaning tank (A) 17 overflow some constituents in the rinse tub (B) 18 (b) glycol ether in the cleaning agent steamy washing in the steamy zone (D) 19 is not only attained, but carried into the rinse tub (B) 18 with washing—ed (c) Glycol ether acetate, hydroxycarboxylic acid ester, and

the (e) phenolic antioxidant, an amine — a system — an antioxidant — Lynn — a system — an antioxidant — sulfur — a system — an antioxidant — and — an ultraviolet ray absorbent — continuous — a cleaning tank — (— A —) — 17 — returning — things — being possible — ** — becoming — a cleaning tank — (— A —) — 17 — inside — a cleaning agent — and — a rinse — a tub — (— B —) — 18 — a constituent — (— f —) — a presentation — fixed — it can maintain .

[0059] a cleaning tank — (— A —) — 17 — having generated — a steam — filling — having had — a steam — a zone — (— D —) — 19 — carrying out — a steam — washing — -ed — washing — a front face — a steam — having condensed — things — it was able to do — liquid — inside — dirt — a component — completely — containing — not having — since — as finishing washing of the washing process last — being effective . Furthermore, in order to heighten a cleaning effect, it is effective by the cooling pipe 24 of the rinse tub (B) 18 maintaining the temperature of a constituent (f) at low temperature, and making washing-ed temperature low to extend a temperature gradient with steam temperature and to increase the amount of condensation.

[0060] next — drawing 3 — being shown — a washing station — being main — structure — ***** — a penetrant remover — putting in — a cleaning tank — (— A —) — 29 — a cleaning agent — a steam — filling — having — a steam — a zone — (— D —) — 30 — it evaporated — a cleaning agent — a cooling pipe 34 — - condensing — having condensed — liquid — a cooling pipe — having adhered — water — standing — separation — carrying out — a sake — water — separation — a tub — (— C —) — 31 — water — separation — a tub — (— C —) — 31 — standing — separation — carrying out — having had — a condensate — a shower — a rinse — carrying out — a sake — a pump — 33 — from — becoming . being actual — washing — setting — -ed — washing — dedication — a jig — a basket — etc. — putting in — a washing station — inside — a cleaning tank — (— A —) — 29 — a steam — a zone — (— D —) — 30 — order — moving — while — washing — completing — making .

[0061] In a cleaning tank (A) 29, the cleaning agent of this invention is heated at a heater 32, and washing clearance of the dirt which adhered to washing-ed in the state of ebullition is carried out. As long as it is the physical force adopted as old soaping machines, such as a splash and a jet in liquid of a cleaning agent, as physical force at this time, what kind of approach may be used. In the steamy zone (D) 30 The steam of a component with high vapor pressure, such as an addition component (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether which are mainly contained in the cleaning agent of this invention, and whose boiling point in (d)1.013x105Pa are 20 degrees C - 100 degrees C After making it condense with a cooling pipe 34 and bringing together in the water separation tub (C) 31, the rinse of the dirt component which is dissolving into the cleaning agent adhering to washing-ed is carried out by sending these condensates for piping 38 and 39 with a pump 33, and carrying out a shower to washing-ed from the shower nozzles 40 and 41. a condensate — water — separation — a tub — (— C —) — 31 — collecting — having had — after — piping — 37 — and — a pump — 33 — from — a cleaning tank — (— A —) — 29 — entering — a heater — 32 — heating — ebullition — carrying out — having — a steam — becoming — an arrow head — 35 — like — - a cooling pipe — 34 — condensing — having had — after — piping — 36 — from — water — separation — a tub — (— C —) — 31 — returning .

[0062] a cleaning tank — (— A —) — 29 — having generated — a steam — filling — having had — a steam — a zone — (— D —) — 30 — carrying out — a steam — washing — -ed — washing — a front face — condensing — liquid — inside — dirt — a component — completely — containing — not having — since — as finishing washing of the washing process last — being effective . In the washing station of this invention (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether which are contained in a cleaning agent, and (d)1.013x105 While a component with the boiling point high [vapor pressure, such as 20 degrees C - 100 etc. degrees C,] in Pa mainly carries out a change of state to a liquid or a gas within a washing station By circulating, a rinse and steamy washing are possible, without using a constituent (f) and a rinse tub (B) for a dirt component with possibility of having adhered to washing-ed and of remaining slightly.

[0063] Each washing station shown in said drawing 1 -3 has the more desirable washing station which made the cleaning tank (A) and the rinse tub (B) one tub or two tubs or more in precision washing which it can use properly by the object and application, and is asked for high cleanliness.

[0064]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, an example explains this invention concretely. In addition, the various physical properties of a cleaning agent were measured as follows, and were evaluated.

Examples 1-11 and the [examples 1-9 of comparison] (1) flash point JIS K According to 2265, a tag direct vent system and the measurement temperature of 81 degrees C or more measured the flash point by the Cleveland unvented system to the measurement temperature of 80 degrees C. Assessment is based on the following criteria.

O :flash-point-less x : those with the flash point [0065] (2) Global warming potential (100-year addition)

A global warming potential expresses the relative value at the time of setting the warming multiplier of a carbon dioxide to "1" on the basis of a carbon dioxide, and it evaluates about 10% of the weight or more of the solvent in a cleaning agent. Assessment is based on the following criteria.

O More than less than [:350] x:350[0066] (3) Create about 0.2g pellet after heating flux solubility trial flux and carrying out evaporation to dryness of the solvent components, such as isopropanol. After carrying out splash washing (a part for 200 times/) of this for 2 minutes by 5ml of 60-degree C cleaning agents and carrying out a rinse with the mixture (trade name: HFE7100, Sumitomo 3M make) of methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether, the Ayr blow is carried out and it dries. Solubility measures the weight of a pellet before and after a trial, and calculates it in the following formulas.

Flux solubility (%) = [(trial Saki [Shigekazu]-trial Shigekazu Ushiro) /trial Saki [Shigekazu]] x100 assessment is based on the following criteria.

O The trade name of the flux used for the trial :40%or more x:less than 40% : JS-64ND (Made in Hiroteru) [0067] (4) Carry out impregnation of the following metalworking fluid to the stainless steel wire gauze (60x30mm) of 30 meshes of degreasing-power trials, and heat at 100 degrees C for 30 minutes. After carrying out splash washing (a part for 80 times/) by 500ml of 40-degree C cleaning agents for 3 minutes and carrying out the rinse of this with the mixture (trade name: HFE7100, Sumitomo 3M make) of methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether, by HFE7100, steamy washing is carried out and it dries. The rate of cleaning is calculated in the following formula from the amount of adhesion oil contents before and behind washing.

Metalworking fluid used for the trial: YUSHIRON former FH7500 (a trade name, YUSHIRO CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. make)

Rate (%) of cleaning = [(amount of after [amount of front / washing / oil contents-washing] oil contents) amount of front [/washing] oil contents} x100 assessment is based on the following criteria.

O Less than [less than / more than more than :90%O:80%90% / x:80%] [0068]
 [examples 1-11] Each component was mixed by the presentation of a publication to a table 1, and the target cleaning agent was obtained. About each cleaning agent, the assessment trial was performed and the result was summarized in a table 1. (a) After eliminating the flash point by carrying out homogeneity mixing of the combination of methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether, and a kind chosen from (b) glycol ether, or two sorts or more of compounds, the outstanding detergency over flux and metalworking fluid, such as a metal salt of rosin, polymerization rosin, and rosin, a hydrochloride of an amine, and an organic acid, was checked. [0069] It was checked by using together the compound more than a kind furthermore chosen from (c) glycol ether acetate and hydroxycarboxylic acid ester, and adding that a higher cleaning effect is acquired. Moreover, the outstanding detergency was acquired after controlling the addition of a component (b) and a component (c) by adding the component whose boiling point in (d)1.013x105Pa is 20 degrees C - 100 degrees C.

[0070]

[The example 1 of a comparison] The assessment trial same about the solvent of a publication as an example was performed to a table 2. The result was summarized in a table 2. The mixture of methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether of both flux solubility and cleaning nature was inadequate.

[0071]

[The examples 2-4 of a comparison] Each component was mixed by the presentation of a publication to a table 2, and the cleaning agent was obtained. The assessment trial same about this cleaning agent as an example was performed. The result was summarized in a table 2. When not the mixture of (a) methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether but the mixture of ethyl perfluoro butyl ether and the ethyl perfluoro isobutyl ether was used for a noncombustible fluorine system solvent, it was checked that a cleaning agent has the flash point.

[0072]

[The example 5 of a comparison] Each component was mixed by the presentation of a publication to a table 2, and the cleaning agent was obtained. The assessment trial same about this cleaning agent as an example was performed. The result was summarized in a table 2. When the 2H and 3H-perfluoro pentane which is not the mixture of (a) methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether but chain-like HFC was used for a noncombustible fluorine system solvent, the global warming potential exceeded 350.

[0073]

[The examples 6-9 of a comparison] Each component was mixed by the presentation of a publication to a table 2, and the cleaning agent was obtained. The assessment trial same about this cleaning agent as an example was performed. The result was summarized in a table 2. (a) combination weight ratio [of the mixture of methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether, and the glycol ether which were used

as a component (b)] (a)/(b) — 10 / 90 — 49/51 — being out of range — if — any — flux solubility and/or cleaning nature — having been inadequate .

[0074] [Examples 12-13 and the example 10 of a comparison]

(5) the system — washing — a trial — one — drawing 1 — being shown — a washing station — a cleaning tank — (— A —) — one — predetermined — a presentation — a cleaning agent — putting in — a rinse — a tub — (— B —) — two — a steam — generating — a tub — three — and — water — separation — a tub — (— C —) — five — predetermined — a constituent — (— f —) — putting in — a polymerization — rosin — and — rosin — a metal — a salt — etc. — white — residue — a cause — becoming — dirt — receiving — detergency — ***** — the following — actuation — and — washing — conditions — having measured .

[0075] After washing the test piece soldered and created at 250 degrees C after carrying out one side immersion of actuation and the printed circuit board made from flux detergency assessment glass epoxy (35mmx48mm) at flux and being air-dry using the above-mentioned washing station and carrying out a rinse with a constituent (f), steamy washing is carried out and it dries. Detergency measures ionicity residue (unit: mugNaCl/sqin) in omega meter (600 R-SC, alpha metals company make), and sets the measured value to "beta." Assessment is based on the following criteria.

O The trade name of the flux used for the :beta<=70:7<beta<=14x:beta>14 trial : JS-64ND (Made in Hiroteru)

[0076] — Carry out impregnation of the following metalworking fluid to the stainless steel wire gauze (10mmx2mm) of 30 meshes of cleaning detergency assessment, wash the test piece which heated for 30 minutes and was created at 100 degrees C using the above-mentioned washing station, carry out steamy washing and dry, after carrying out a rinse with a constituent (f). Detergency carries out visual assessment. Assessment is based on the following criteria.

O residual-less **: of :processing oil — metalworking fluid: used for the trial with a residual of x:processing oil with a residual of a processing oil in the part — the liquid which contains 0.1 % of the weight (ZUDAN) of colors, and the uni-cut GH 35 (a trade name, Nippon Oil Co., Ltd. make) 25% of the weight in perchloroethylene — adjusting — a trial — public funds — it considered as the group processing oil.

Washing condition cleaning tank 1 (A) : 40 degrees C, ultrasonic cleaning during 2 minutes (output: 110w, frequency:28kHz)

Rinse tub 2 (B) : 15 degrees C, 2-minute immersion splash (a part for 20 times/)

Steamy zone 4 : Standing during 2 minutes [0077]

[Examples 12 and 13] Each component was mixed by the presentation of a publication to a table 3, and a target cleaning agent and a target constituent (f) were obtained. The above-mentioned assessment trial was performed using the cleaning agent and the constituent (f), and the result was summarized in a table 3. (a) Outstanding washing to flux and an oil was checked by washing with the constituent (f) which does not have the flash point with the mixture of methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether, and the mixture of the cleaning agent and (a) methyl perfluoro butyl ether which carried out homogeneity mixing of the compound chosen from (b) glycol ether, and the methyl perfluoro isobutyl ether. Moreover, the amount of ionicity residue was reduced by adding the component whose boiling point in (d)1.013x105Pa is 20 degrees C — 100 degrees C in a constituent (f).

[0078]

[The example 10 of a comparison] The assessment trial same about the cleaning agent and rinse agent of a publication as examples 12 and 13 was performed to a table 3. The result was summarized in a table 3. Just the mixture of (Component a) methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether of each detergency over flux and an oil was inadequate.
 [0079] [Examples 14-15 and the example 11 of a comparison]

(6) the system — washing — a trial — two — drawing 2 — being shown — a washing station — a cleaning tank — (— A —) — 17 — predetermined — a presentation — a cleaning agent — putting in — a rinse — a tub — (— B —) — 18 — and — water — separation — a tub — (— C —) — 20 — predetermined — a constituent — (— f —) — putting in — a polymerization — rosin — and — rosin — a metal — a salt — etc. — white — residue — a cause — becoming — dirt — receiving — detergency — ***** — the following — actuation — and — washing — conditions — having measured .

Actuation [0080] — Carry out steamy washing and dry, after washing the test piece soldered and created at 250 degrees C after carrying out one side immersion of the printed circuit board made from flux detergency assessment glass epoxy (35mmx48mm) at flux and being air-dry using the above-mentioned washing station and carrying out a rinse with a constituent (f). Detergency measures ionicity residue (unit: mugNaCl/sqin) in omega meter (600 R-SC, alpha metals company make), and sets the measured value to "beta." Assessment is based on the following criteria.

O The trade name of the flux used for the :beta<=70:7<beta<=14x:beta>14 trial : JS-64ND (Made in Hiroteru)

[0081] - Carry out impregnation of the following metalworking fluid to the stainless steel wire gauze (10mmx2mm) of 30 meshes of cleaning detergency assessment, wash the test piece which heated for 30 minutes and was created at 100 degrees C using the above-mentioned washing station, carry out steamy washing and dry, after carrying out a rinse with a constituent (f). Detergency carries out visual assessment. Assessment is based on the following criteria.

O residual-less **: of :processing oil — metalworking fluid: used for the trial with a residual of x:processing oil with a residual of a processing oil in the part — the liquid which contains 0.1 % of the weight (ZUDAN) of colors, and the uni-cut GH 35 (a trade name, Nippon Oil Co., Ltd. make) 25% of the weight in perchloroethylene — adjusting — a trial — public funds — it considered as the group processing oil.

[0082] Washing condition cleaning tank 17 (A) : 2-minute ebullition washing rinse tub 18 (B) : 15 degrees C, 2-minute immersion splash (a part for 20 times/)

Standing during the steamy (zone D) 19:2 minutes [0083]

[Examples 14 and 15] Each component was mixed by the presentation of a publication to a table 3, and a target cleaning agent and a target constituent (f) were obtained. The above-mentioned assessment trial was performed using the cleaning agent and the constituent (f), and the result was summarized in a table 3. (a) The outstanding detergency over flux and an oil was checked by washing by the steam and condensate which are generated by boiling the constituent (f) and this cleaning agent which do not have the flash point with the mixture of methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether, and the mixture of the cleaning agent which carried out homogeneity mixing of the compound chosen from (b) glycol ether, (a) methyl perfluoro butyl ether, and the methyl perfluoro isobutyl ether. Moreover, in the constituent (f), the amount of ionicity residue was reduced by adding the component whose boiling point in (d)1.013x105Pa is 20 degrees C - 100 degrees C.

[0084]

[The example 11 of a comparison] The assessment trial same about the cleaning agent of a publication as examples 14 and 15 was performed to a table 3. The result was summarized in a table 3. Just the mixture of (Component a) methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether of each detergency over flux and an oil was inadequate.

[0085] [An example 16 and the example 12 of a comparison]

(7) the system — washing — a trial — three — drawing 3 — being shown — a washing station — a cleaning tank — (— A —) — 29 — and — water — separation — a tub — (— C —) — 31 — predetermined — a presentation — a cleaning agent — putting in — The component which is made to carry out heating ebullition of the cleaning agent of a cleaning tank (A) at a heater 32, performs idling for 1 hour, and is contained in the cleaning agent of the water separation tub (C) 31 (a), After reducing the concentration of a component with low vapor pressure in the component (b), the component (c), and the component (e), it measured according to the following actuation and washing conditions about the detergency over the dirt leading to white residue, such as polymerization rosin and a rosin metal salt.

[0086] A cleaning agent washes the test piece soldered and created at 250 degrees C after carrying out one side immersion of actuation and the printed circuit board made from flux detergency assessment glass epoxy (35mmx48mm) at flux and being air-dry using the above-mentioned washing station, and after carrying out a rinse by the condensate generated by boiling this cleaning agent, steamy washing is carried out and it dries. Detergency measures ionicity residue (unit: mugNaCl/sqin) in omega meter (600 R-SC, alpha metals company make), and sets the measured value to "beta." Assessment is based on the following criteria.

O The trade name of the flux used for the :beta<=7O:7<beta<=14x:beta>14 trial : JS-64ND (Made in Hiroteru)

[0087] - Carry out impregnation of the following metalworking fluid to the stainless steel wire gauze (10mmx2mm) of 30 meshes of cleaning detergency assessment, and a cleaning agent washes the test piece which heated for 30 minutes and was created at 100 degrees C using the above-mentioned washing station, and carry out steamy washing and dry, after carrying out a rinse by the condensate generated by boiling this cleaning agent. Detergency carries out visual assessment. Assessment is based on the following criteria.

O residual-less **: of :processing oil — metalworking fluid: used for the trial with a residual of x:processing oil with a residual of a processing oil in the part — the liquid which contains 0.1 % of the weight (ZUDAN) of colors, and the uni-cut GH 35 (a trade name, Nippon Oil Co., Ltd. make) 25% of the weight in perchloroethylene — adjusting — a trial — public funds — it considered as the group processing oil.

[0088] Washing condition cleaning tank 17 (A) : After the shower rinse during the 2-minute ebullition washing steamy (zone D) 19:2 minutes (a part for 5L/), standing during 2 minutes [0089]

[Example 16] Each component was mixed by the presentation of a publication to a table 3, and the target cleaning agent was obtained. The above-mentioned assessment trial was performed using the cleaning agent, and the result was summarized in a table 3. (a) Outstanding washing to flux and an oil was checked by washing

by the steam and condensate which are generated by boiling the cleaning agent and this cleaning agent which carried out homogeneity mixing of the mixture of methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether, and the compound chosen from (b) glycol ether. Moreover, sufficient rinse nature was obtained by carrying out a shower rinse by this condensate into the steam generated by boiling this cleaning agent, and a condensate, hardly including a component (b).

[0090]

[The example 12 of a comparison] The assessment trial same about the cleaning agent of a publication as an example 16 was performed to a table 3. The result was summarized in a table 3. Just the mixture of (Component a) methyl perfluoro butyl ether and the methyl perfluoro isobutyl ether of each detergency over flux and an oil was inadequate.

[0091]

[A table 1]

成分 (重量%)		実施例										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
成分 a	メチル・ヘキサフルオロ・ブチル・エーテルと メチル・ヘキサフルオロ・イソブチル・エーテルの混合物 (商品名: HFE7100, 住友スリ-IA(株)製)	45	40	30	20	20	10	20	44	35	20	19.95
	ジ・エチレン・グリコール・エーテル	55	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
成分 b	ジ・エチレン・グリコール・n-ブチル・エーテル	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—
	ジ・n-ブチル・グリコール・メチル・エーテル	—	60	—	—	—	—	—	55	55	—	—
	ジ・エチレン・グリコール・モノ-1-ブチル・エーテル	—	—	—	80	—	—	—	—	—	—	—
	ジ・n-ブチル・グリコール・モノ-n-ブチル・エーテル	—	—	—	—	—	90	79	—	—	60	60
	ジ・n-ブチル・グリコール・モノ-n-ブチル・ジ・エーテル	—	—	30	—	80	—	—	—	—	—	—
成分 c	3-メチル-3-ブチル・ブチル・エーテル	—	—	—	—	—	—	—	—	10	—	—
	乳酸ブチル	—	—	—	—	—	—	—	—	—	20	20
成分 d	エタノール (沸点 78.3℃)	—	—	—	—	—	—	—	1	—	—	—
	メチルエチルケトン (沸点 79.6℃)	—	—	—	—	—	—	1	—	—	—	—
成分 e	2,6-ジ-1-ブチル・p-クレゾール	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.05
(1) 引火点		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
(2) 地球温暖化係数		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
(3) フラックス溶解性		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
(4) 脱脂性		○	○	○	○	○	○	○	○	◎	◎	◎

[0092]

[A table 2]

[0093]
[A table 3]

[0094] [Effect of the Invention] The cleaning agent of this invention is [no flash point] and is safe while having the outstanding detergency. Although it does not have the flash point, in namely, (a) methyl perfluoro butyl ether and/or the methyl perfluoro isobutyl ether inferior to the solubility over dirt, such as flux (b) A kind of the compound chosen from glycol ether or two sorts or more of combination is blended. And when combination weight ratio (a)/(b) is 10 / 90 – 49/51, it has the detergency which was excellent as it is in the property of the methyl perfluoro butyl ether of not having the flash point, and/or the methyl perfluoro isobutyl ether.

[0095] The cleaning agent which has the more excellent detergency can be offered from adding the compound more than a kind chosen from the group which furthermore consists of glycol ether acetate and hydroxycarboxylic acid ester. Since a cleaning agent does not have the flash point, the danger of ignition is

reduced, it is not necessary to consider as the explosion-proof construction for preventing ignition, explosion, etc. on a facility of a soaping machine etc. and existing cleaning equipment can be used as it is, it becomes possible to establish the washing system of low cost.

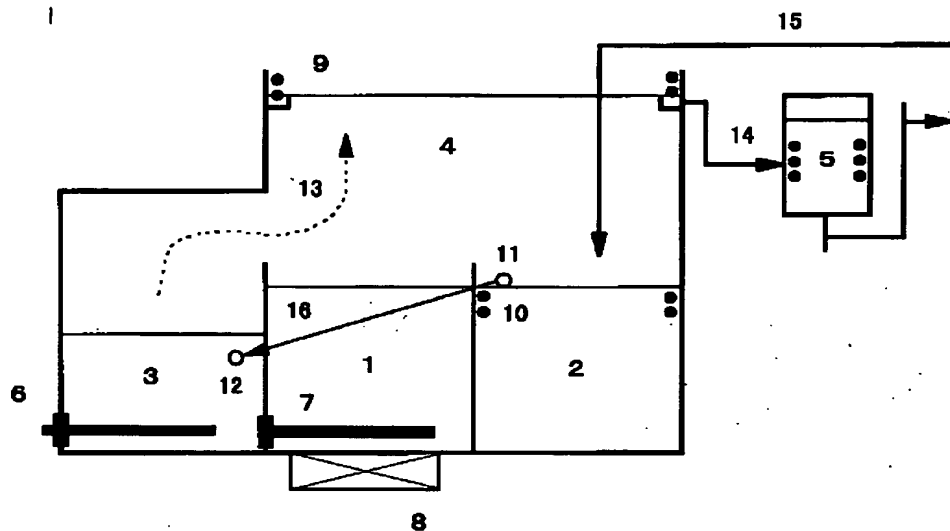
[0096] Moreover, in an antioxidant or 1.013×10^5 Pa, the metal stability at the time of steamy washing and improvement in oxidation degradation depressor effect, the coagulation prevention of a cleaning agent of the boiling point, etc. are attained by the addition component which is 20 degrees C – 100 degrees C. According to the constituent of this invention, dissolution washing of all types of dirt can be easily carried out from a washing-ed front face, without worrying about the risk of ignition at all.

[Translation done.]

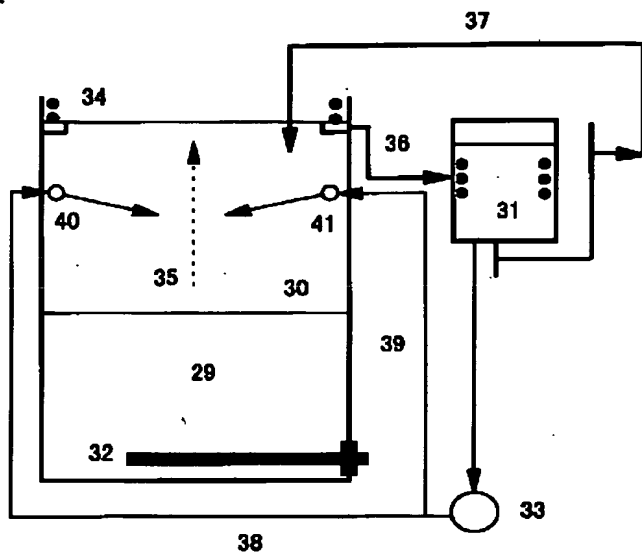
JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2.**** shows the word which can not be translated.
3.In the drawings, any words are not translated.

[Drawing 1]



http://www4.ipdl.ncipi.go.jp/cgi-bin/tran_web CGI_ejje



[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-12894
(P2002-12894A)

(43) 公開日 平成14年1月15日 (2002. 1. 15)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード [*] (参考)	
C 1 1 D	7/50	C 1 1 D	7/50	3 B 2 0 1
B 0 8 B	3/08	B 0 8 B	3/08	Z 4 H 0 0 3
	3/10		3/10	Z 4 K 0 5 3
C 1 1 D	7/24	C 1 1 D	7/24	
	7/26		7/26	
審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 18 頁) 最終頁に続く				

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-195186(P2000-195186)

(22) 出願日 平成12年6月28日(2000. 6. 28)

(71) 出願人 000000033

旭化成株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72) 発明者 加藤 謙一

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(72) 発明者 松本 省慈

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低引火性の洗浄剤、洗浄方法および洗浄装置

(57) 【要約】

【課題】 あらゆるタイプの汚れに対して、高い洗浄力を示し、かつ、蒸気洗浄時等の高温下における酸化劣化を防止しつつ、低毒性で、被洗物に対する材質安定性が高く、しかも引火性が低いうえ、オゾン層破壊の恐れが全くない洗浄剤とその洗浄剤に適した洗浄方法および洗浄装置を提供する。

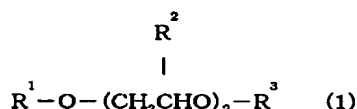
【解決手段】 メチルパーフルオロプロピルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソプロピルエーテルに、グリコールエーテル類から選ばれる一種以上の化合物を加え、さらにグリコールエーテルアセテート類、ヒドロキシカルボン酸エステル類等を添加する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (a) メチルパーフルオロブチルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルと、(b) グリコールエーテル類から選ばれる 1 種または 2 種以上の化合物を含有し、かつ成分 (a) と成分 (b) の配合重量比 (a) / (b) が、10 / 90 ~ 49 / 51 である低引火性の洗浄剤。

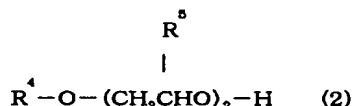
【請求項 2】 (b) グリコールエーテル類が、下記一般式 (1)、(2) で表される化合物よりなる群から選ばれる 1 種または 2 種以上の化合物を含有する請求項 1 記載の洗浄剤。

【化 1】



(式中 R¹、R³ は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基、アルケニル基、またはシクロアルキル基、R² は水素またはメチル基を表す。)

【化 2】



(式中 R⁴ は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基、アルケニル基、またはシクロアルキル基、R⁵ は水素またはメチル基を表す。)

【請求項 3】 (c) グリコールエーテルアセテート類およびヒドロキシカルボン酸エステル類よりなる群から選ばれる一種以上の化合物を含有する請求項 1 ~ 2 に記載の洗浄剤。

【請求項 4】 (d) 1.013 × 10⁵ Pa における沸点が 20 °C ~ 100 °C の添加成分を含有する請求項 1 ~ 3 に記載の洗浄剤。

【請求項 5】 (e) フェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、イオウ系酸化防止剤および紫外線吸収剤よりなる群から選ばれる少なくとも一種以上を含有する請求項 1 ~ 4 に記載の洗浄剤。

【請求項 6】 請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の洗浄剤で被洗物を洗浄した後、(f) メチルパーフルオロブチルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルを含有する組成物で、リンスおよび／または蒸気洗浄することを特徴とする洗浄方法。

【請求項 7】 組成物 (f) が、添加成分 (d) および化合物 (e) よりなる群から選ばれる少なくとも一種の成分または化合物を含有するものである請求項 6 記載の洗浄方法。

【請求項 8】 (A) 請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の洗浄剤により被洗物を洗浄するための洗浄槽、(B) 組成物 (f) によりリンスするためのリンス槽、引火点を

有さない組成物 (f) に含有される少なくとも一種の成分または化合物の蒸気を発生させるための蒸気発生槽、該蒸気発生槽から発生した蒸気で蒸気洗浄するための蒸気ゾーン、(C) 発生した蒸気を凝縮した後、得られた凝縮液から水分を除去するための水分離槽、及び水分を除去された凝縮液をリンス槽 (B) に戻す機構を有する洗浄装置。

【請求項 9】 請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の洗浄剤を構成する少なくとも一種の成分または化合物の蒸気を発生させるための加熱機構を有する請求項 8 の洗浄槽

(A)、リンス槽 (B)、(D) 該洗浄槽 (A) から発生した蒸気で蒸気洗浄するための蒸気ゾーン、水分離槽 (C) 及び水分を除去された凝縮液を該洗浄槽 (A) に戻す機構を有する洗浄装置。

【請求項 10】 請求項 9 において、リンス槽 (B) の代わりに、該凝縮液を蒸気ゾーン (D) 内でシャワーリンスする機構を有する洗浄装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、精密機械部品、光学機械部品等の加工時に種々の加工油類、グリース類、ワックス類や電気電子部品のハンダ付け時に使用されるフラックス類を洗浄するのに好適な洗浄剤とその洗浄剤に適した洗浄方法および洗浄装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】精密機械部品、光学機械部品等の加工時に種々の加工油類、例えば、切削油、プレス油、引抜き油、熱処理油、防錆油、潤滑油等、または、グリース類、ワックス類等が使用されるが、これらの汚れは最終的には除去する必要があり、溶剤による除去が一般的に行われている。また、電子回路の接合方法としてはハンダ付けが最も一般的に行われているが、ハンダ付けすべき金属表面の酸化物の除去・清浄化、再酸化防止、ハンダ濡れ性の改良の目的で、フラックスでハンダ付け面を予め処理することが通常行われている。ハンダ付けの方法としては溶液状のフラックス中に基板を浸漬する等により、フラックスを基板面に付着させた後、熔融ハンダを供給する方法や予めフラックスとハンダの粉末を混合してペースト状にしたものをハンダ付けすべき場所に供給した後加熱する方法等があるが、いずれにしても、フラックス残渣は金属の腐食や絶縁性の低下の原因となるため、ハンダ付け終了後、十分に除去する必要がある。

【0003】これらの洗浄、除去には、不燃性で毒性が低く、優れた溶解性を示す等、多くの特徴を有することから、1, 1, 2-トリクロロ-1, 2, 2-トリフルオロエタン (以下 CFC113 という) や CFC113 とアルコールなどを混合した溶剤で洗浄していた。しかしながら、CFC113 はオゾン層破壊等の地球環境汚染問題が指摘され、日本では 1995 年末にその生産が全廃された。この CFC113 の代替品として、3, 3

ージクロロー１，１，１，２，２－ペンタフルオロプロパンと１，３－ジクロロー１，１，２，２，３－ペンタフルオロプロパンの混合物（以下ＨＣＦＣ２２５という）や１，１－ジクロロー１－フルオロエタン（以下ＨＣＦＣ１４１ｂという）等のハイドロクロロフルオロカーボン類（以下ＨＣＦＣという）や２Ｈ、３Ｈ－パーフルオロペンタン等のハイドロフルオロカーボン類（以下ＨＦＣという）が提案されている。しかし、ＨＣＦＣ類ではオゾン層破壊能があるために日本では２０２０年にその使用が禁止される予定である。ＨＦＣ類では近年新たな問題として浮上してきた地球温暖化係数の高いことが指摘されており、地球規模での環境汚染を抑制するために、洗浄機の構造を密閉構造とする事で大気への放出量を削減する等の対策が必要となり、洗浄剤用途での使用が困難となる。さらに、近年では塩素原子を全く含まないハイドロフルオロエーテル類（以下ＨＦＥという）等のオゾン層破壊能が全くなく、不燃性のフッ素系溶剤が提案されているが、塩素原子を含まないために溶解能が低く単独では洗浄剤として使用できず、可燃性溶剤を組み合わせた洗浄剤の技術が開示されている。しかし、可燃性溶剤を組み合わせる場合には、ＨＦＥの分子構造中に含まれるアルキル基等の炭素数が少なく引火点出現抑制効果が高いメチルパーフルオロブチルエーテル、メチルパーフルオロイソブチルエーテルおよびこれらの混合物から選ばれる少なくとも一種以上の化合物である必要がある。ＨＦＥ類の中でもアルキル基の炭素数の多い、例えば、エチルパーフルオロブチルエーテル、エチルパーフルオロイソブチルエーテルおよびこれらの混合物から選ばれる少なくとも一種以上の化合物は、引火点出現抑制効果が低いために、これらと可燃性溶剤を組み合わせた場合、引火点が出現してしまう問題がある。

【０００４】また、メチルパーフルオロブチルエーテル、メチルパーフルオロイソブチルエーテルおよびこれらの混合物から選ばれる少なくとも一種以上の化合物と可燃性溶剤を組み合わせた洗浄剤の技術として、特開平１０－３６８９４号公報、特開平１０－２１２４９８号公報および特開平１０－２５１６９２号公報に記載がある。しかし、これらの明細書中での配合比では洗浄性が劣り、高い清浄度が要求される電気電子部品に付着したフラックスの洗浄や、例えば鋼板のプレス加工時または、引き抜き加工時に使用される、比較的脱脂の困難な油の洗浄には、使用できない場合がある。

【０００５】以上のごとく、ＣＦＣ１１３の代替品として、これまで提案されてきた洗浄剤では、洗浄が可能であってもオゾン層破壊の問題により将来その使用が禁止されていたり、引火の危険性があるために洗浄機等の設備を防爆構造とするのに設備コストが上昇したり、洗浄剤としての洗浄力が不足している等、洗浄剤として使用する上で多くの問題を抱えているのが現状である。

【０００６】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、洗浄におけるあらゆるタイプの汚れに対して、高い洗浄力を示し、かつ、蒸気洗浄時等の高温下における酸化劣化を防止しつつ、低毒性で、引火点がなく、オゾン層破壊の恐れが全くない洗浄剤とその洗浄剤に適した洗浄方法および洗浄装置を提供することを課題とする。

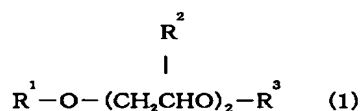
【０００７】

【課題を達成するための手段】本発明者は、上記課題を達成するため、メチルパーフルオロブチルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルの引火点を有さない特性を生かし、引火点の出現しない洗浄剤を見出すべく鋭意検討を重ねた結果、（ａ）メチルパーフルオロブチルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルと、（ｂ）グリコールエーテル類から選ばれる１種または２種以上の化合物を含有し、かつその配合重量比（ａ）／（ｂ）が、１０／９０～４９／５１である時に、優れた洗浄性と、低引火性を両立できることを見出した。また、グリコールエーテルアセテート類、ヒドロキシカルボン酸エステル類よりなる群から選ばれる１種以上の化合物を加えることより、より高い洗浄効果の得られることを見出すとともに、酸化防止剤等の添加により高温下で連続して使用できることを見出し、さらにその洗浄剤に適した洗浄方法および洗浄装置を見出し、本発明を完成した。

【０００８】すなわち、発明の第一は、（ａ）メチルパーフルオロブチルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルと、（ｂ）グリコールエーテル類から選ばれる１種または２種以上の化合物を含有し、かつ成分（ａ）と成分（ｂ）の配合重量比（ａ）／（ｂ）が、１０／９０～４９／５１である低引火性の洗浄剤である。発明の第二は、（ｂ）グリコールエーテル類が、下記一般式（１）、（２）で表される化合物よりなる群から選ばれる１種または２種以上の化合物を含有する発明の第一に記載の洗浄剤である。

【０００９】

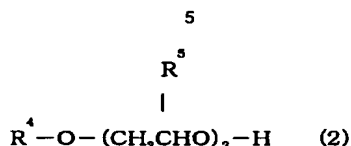
【化３】



【００１０】（式中Ｒ^１、Ｒ^３は炭素数１～４のアルキル基、アルケニル基、またはシクロアルキル基、Ｒ^２は水素またはメチル基を表す。）

【００１１】

【化４】



【0012】（式中R⁴は炭素数1～4のアルキル基、アルケニル基、またはシクロアルキル基、R⁵は水素またはメチル基を表す。）

発明の第三は、（c）グリコールエーテルアセテート類およびヒドロキシカルボン酸エステル類よりなる群から選ばれる一種以上の化合物を含有する発明の第一～第二に記載の洗浄剤である。発明の第四は、（d）1.013×10⁵Paにおける沸点が20℃～100℃の添加成分を含有する発明の第一～第三に記載の洗浄剤である。

【0013】発明の第五は、（e）フェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、イオウ系酸化防止剤および紫外線吸収剤よりなる群から選ばれる少なくとも一種以上を含有する発明の第一～第四に記載の洗浄剤である。発明の第六は、発明の第一～第五のいずれかに記載の洗浄剤で被洗物を洗浄した後、（f）メチルパーフルオロプロピルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソプロピルエーテルを含有する組成物で、リンスおよび／または蒸気洗浄することを特徴とする洗浄方法である。

【0014】発明の第七は組成物（f）、添加成分（d）および化合物（e）からなる群から選ばれる少なくとも一種の成分または化合物を含有するものである発明の第六に記載の洗浄方法である。発明の第八は（A）発明の第一～五のいずれかに記載の洗浄剤により被洗物を洗浄するための洗浄槽、（B）組成物（f）によりリンスするためのリンス槽、引火点を有さない組成物（f）に含有される少なくとも一種の成分または化合物の蒸気を発生させるための蒸気発生槽、該蒸気発生槽から発生した蒸気で蒸気洗浄するための蒸気ゾーン、（C）発生した蒸気を凝縮した後、得られた凝縮液から水分を除去するための水分分離槽、及び水分を除去された凝縮液をリンス槽（B）に戻す機構を有する洗浄装置である。

【0015】発明の第九は発明の第一～五のいずれかに記載の洗浄剤を構成する少なくとも一種の成分または化合物の蒸気を発生させるための加熱機構を有する発明の第八の洗浄槽（A）、リンス槽（B）、（D）該洗浄槽（A）から発生した蒸気で蒸気洗浄するための蒸気ゾーン、水分分離槽（C）及び水分を除去された凝縮液を該洗浄槽（A）に戻す機構を有する洗浄装置である。発明の第十は発明の第九において、リンス槽（B）の代わりに、該凝縮液を蒸気ゾーン（D）内でシャワーリンスする機構を有する洗浄装置である。

【0016】以下、本発明を詳細に説明する。本明細書において、洗浄とは被洗物に付着している汚れを次工程

に影響のないレベルまで除去することである。また、リンスとは被洗物に付着している汚れ成分を含む洗浄剤を、汚れ成分の含まれない溶剤に置換することである。さらに、蒸気洗浄とは被洗物表面にわずかに残留する汚れ成分を、被洗物と該被洗物が晒されている蒸気との温度差によって該被洗物表面で凝縮する蒸気成分からなる液体で除去することである。

【0017】本発明の洗浄剤および組成物（f）に使用する（a）メチルパーフルオロプロピルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソプロピルエーテルは、不燃性である塩素原子を含有しない含フッ素化合物の中でも特に引火点出現抑制効果が高いために、高洗浄力を有するが引火点を持つグリコールエーテル類を多量に添加した場合でも、（a）メチルパーフルオロプロピルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソプロピルエーテルの特性である引火点出現抑制効果を維持した上で、洗浄力の向上を実現できる。また、（a）メチルパーフルオロプロピルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソプロピルエーテルは、オゾン層破壊能が全くない上に、温暖化係数も低く、環境に悪影響を与えない洗浄剤の成分としては最適である。

【0018】本発明の洗浄剤においては、あらゆる汚れに対する洗浄力の向上を目的に（b）グリコールエーテル類から選ばれる1種または2種以上の化合物の組み合わせを使用する必要がある。ここでいうグリコールエーテル類とは2個の水酸基が2個の相異なる炭素原子に結合している脂肪族あるいは脂環式化合物において、該2個の水酸基の水素原子のうち、いずれか1個、またはいずれもが、炭化水素残基またはエーテル結合を含む炭化水素残基に置換されている化合物である。

【0019】例えば、グリコールエーテル類の具体例としては、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールメチルエチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールメチルーn-プロピルエーテル、エチレングリコールエチルーn-プロピルエーテル、エチレングリコールジ-n-プロピルエーテル、エチレングリコールジ-i-プロピルエーテル、エチレングリコールメチルーn-ブチルエーテル、エチレングリコールエチルーn-ブチルエーテル、エチレングリコール-n-プロピルーn-ブチルエーテル、エチレングリコールジ-n-ブチルエーテル、エチレングリコールジ-i-ブチルエーテル、エチレングリコールジ-tert-ブチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールメチルエチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールメチルーn-プロピルエーテル、ジエチレングリコールエチルーn-プロピルエーテル、ジエチレングリコールジ-n-プロピルエーテル、ジエチレングリコールジ-i-プロピルエーテル、ジエチレングリコールメチルーn-ブチルエーテル、ジエチレ

50

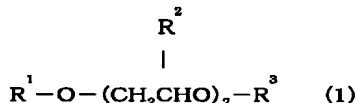
[illegible]

ルモノー i −プロピルエーテル、トリプロピレングリコールモノ− n −ブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノ− i −ブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノ− $tert$ −ブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノ− n −ペンチルエーテル、トリプロピレングリコールモノ− n −ヘキシルエーテル、3−メトキシブタノール、3−メチル−3−メトキシブタノール等を挙げることができる。

【0020】また、グリコールエーテル類が、下記一般式(1)で表される化合物である場合に、より優れた低引火性と、フラックス成分であるロジンのより優れた溶解性を両立することが可能となる。また、グリコールエーテル類が下記一般式(2)で表される化合物である場合に、より優れた低引火性と、イオン性残渣の原因となるアミンの塩酸塩や有機酸等や、白色残渣の原因となる重合ロジンやロジンの金属塩等に対する、より優れた除去性を両立することが可能となる。

【0021】

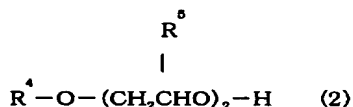
【化5】



【0022】(式中 R^1 、 R^3 は炭素数1〜4のアルキル基、アルケニル基、またはシクロアルキル基、 R^2 は水素またはメチル基を表す。)

【0023】

【化6】



【0024】(式中 R^4 は炭素数1〜4のアルキル基、アルケニル基、またはシクロアルキル基、 R^5 は水素またはメチル基を表す。)

一般式(1)で表されるグリコールエーテル類の具体例としては、ジエチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールジ− n −ブチルエーテル、ジプロピレングリコールジメチルエーテルを挙げることができる。また、一般式(2)で表されるグリコールエーテル類の具体例としては、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノ− n −プロピルエーテル、ジエチレングリコールモノ− i −プロピルエーテル、ジエチレングリコールモノ− n −ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ− i −ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ− n −プロピルエー

ーテル、ジプロピレングリコールモノ− i −プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノ− n −ブチルエーテル等を挙げることができる。

【0025】各成分の重量割合については、本発明の洗浄剤の特徴である、高洗浄性、低毒性、低引火性を満たすために、成分(a)と成分(b)の配合重量比(a)/(b)が、10/90〜49/51であることが必要である。特開平10-212498号公報、特開平10-251692号公報に記載がある様な、(ア)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物と、(イ)ジプロピレングリコールモノイソプロピルエーテルとの配合重量比(ア)/(イ)が、70/30である洗浄剤や、(ア)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物と、(ウ)ジプロピレングリコールエチルメチルエーテルおよびジプロピレングリコールエチルプロピルエーテルとの配合重量比(ア)/(ウ)が、50/50である洗浄剤では、比較的洗浄が容易な切削油については脱脂可能なものの、例えば厚板の鋼板にプレス加工を行う場合や、引き抜き加工を行う場合に使用される塑性加工油等については、切削工程に比べ加工時の負担が大きいため、一般に切削油よりも粘度の高い油が使用されており、これらの塑性加工油については十分に脱脂できない。

【0026】また、フラックスについても、基板表面の酸化物を除去するために添加されている活性剤成分が少ないRMAタイプ、または活性剤成分を含まないRタイプのフラックスについては、これらの洗浄剤でも洗浄可能であるが、アミンやカルボン酸のハロゲン塩等の活性剤を含有するRAタイプのフラックスを洗浄する場合、可燃性溶剤の中でも特に、極性を有するグリコールエーテルの重量割合が多いことが重要であり、グリコールエーテルの重量割合が50以下である前記洗浄剤では十分に洗浄することができない。

【0027】よって、あらゆる汚れに対する溶解力または分散力改善効果を得るためには、成分(b)グリコールエーテル類の重量割合が51以上であることが必要である。また、成分(b)の重量割合が90以下のときに低引火性が達成される。洗浄性と低引火性のバランスを考慮したより好ましい配合重量比(a)/(b)は、10/90〜45/55であり、さらに好ましくは10/90〜40/60である。

【0028】本発明における洗浄剤は、上記成分

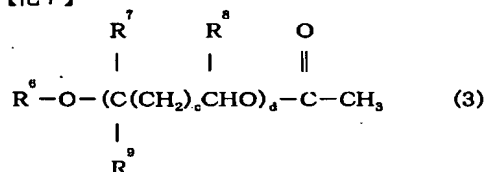
(a)、(b)を所定の割合で含有する低引火性の洗浄剤である。ここでいう、「低引火性」とは、JIS K 2265等の一般的な引火点評価試験により、洗浄剤に引火点なしと認められることを意味する。本発明の洗浄剤においては、広範な種類の汚れに対する洗浄力の向上を目的に(c)グリコールエーテルアセート類、ヒドロキシカルボン酸エステル類よりなる群から選ばれる1

種以上の化合物を併用することができる。

【0029】ここでいうグリコールエーテルアセテート類とは、水酸基を有するグリコールエーテルモノアルキルエーテル類をアセテート化した化合物である。ここでいうグリコールエーテルモノアルキルエーテル類とは、2個の水酸基が2個の相異なる炭素原子に結合している脂肪族あるいは脂環式化合物において、該水酸基のうちいずれか1個の水素原子が、炭化水素残基またはエーテル結合を含む炭化水素残基に置換されている化合物である。例えば、下記一般式(3)で特定されるグリコールエーテルアセテート類を挙げることができる。

【0030】

【化7】



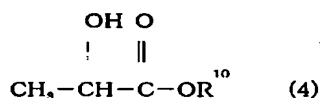
【0031】(式中R⁶は炭素数1～6のアルキル基、アルケニル基、またはシクロアルキル基、R⁷、R⁸、R⁹は水素またはメチル基、aは0～1の整数、bは1～4の整数を表す。)

グリコールエーテルアセテート類の具体例としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコールおよびトリプロピレングリコール等に対応するモノアルキルエーテルのアセテート、3-メトキシ-1-ブチルアセテート、3-メトキシ-3-メチル-1-ブチルアセテート等を挙げることができる。

【0032】また、本発明の洗浄剤に使用するヒドロキシカルボン酸エステル類とは水酸基を有するエステル化合物であり、例えば、乳酸エステル、リンゴ酸エステル、酒石酸エステル、クエン酸エステル、グリコールモノエステル、グリセリンモノエステル、グリセリンジエステル、リシノール酸エステルおよびヒマシ油等を挙げることができる。これらの中でも、特に好ましいヒドロキシカルボン酸エステル類としては下記一般式(4)で特定される乳酸エステル類を挙げることができる。

【0033】

【化8】



【0034】(式中、R¹⁰は炭素数1～6のアルキル基、アルケニル基又はシクロアルキル基を示す。)乳酸エステル類の具体例としては乳酸メチル、乳酸エチル、乳酸ブチルおよび乳酸ペンチル等を挙げることができる。成分(c)をさらに添加する場合には、成分

(a) / {成分(b) + 成分(c)} の配合重量比 (a) / {(b) + (c)} が、10/90～49/51であることがより好ましい。成分{(b) + (c)}の重量割合が51以上のときに、各種汚れに対するより好ましい溶解力改善効果が得られ、90以下のときに、より好ましい低引火性を達成できる。洗浄性と低引火性のバランスを考慮した、さらに好ましい配合重量比 (a) / {(b) + (c)} は、10/90～45/55であり、いっそう好ましくは10/90～40/60である。

【0035】また、成分(b)および成分(c)の蒸気圧は、特に引火点を有さない洗浄剤組成とするために、20℃において1.33×10³Pa未満が好ましく、より好ましくは6.66×10²Pa以下であり、さらに1.33×10²Pa以下が好ましい。本発明の洗浄剤および組成物(f)には、1.013×10⁵Paにおける沸点が20℃～100℃で、請求項1～4に記載の成分(a)、成分(b)および成分(c)とは異なる化合物である、成分(d)を洗浄力改良剤、安定剤、融点降下剤等の添加成分として添加し、成分(b)および成分(c)の添加量の抑制、洗浄性の向上、蒸気洗浄時の気相での金属安定性の向上および冷却時の洗浄剤の凝固防止等を図ることもできる。

【0036】成分(d)としては、例えば、以下に示す種類ごとに例示することができる。炭化水素類としては、n-ヘキサン、イソヘキサン、シクロヘキサン、シクロヘキセン、2-メチルペンタン、2,3-ジメチルブタン、n-ヘプタン、2-メチルヘキサン、3-メチルヘキサン、2,4-ジメチルペンタン、イソオクタン等が挙げられる。アルコール類としてはメタノール、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール等を挙げることができる。

【0037】ケトン類としてはアセトン、メチルエチルケトン等を挙げることができる。エステル類としてはギ酸エチル、ギ酸プロピル、ギ酸イソブチル、酢酸メチル、酢酸エチル、プロピオン酸メチル、プロピオン酸エチル等を挙げることができる。成分(d)の沸点は20℃～100℃であり、かつ、使用中の組成変動を少なくするために(a)メチルパーフルオロブチルエーテルおよび/またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルの沸点の±40℃の範囲に入ることが好ましく、さらに好ましくは±30℃である。

【0038】また、成分(d)は、併用する(a)メチルパーフルオロブチルエーテルおよび/またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルと共沸組成物あるいはそれに近似する組成の共沸様組成物であることが好ましい。成分(d)は、1.013×10⁵Paにおける沸点が20℃～100℃の有機化合物から選ばれる1種又は2種以上を組み合わせることができる。成分(d)を添加する場合には配合重量比{(a) + (b) +

(c) / (d) が 90/10 ~ 99.9/0.1 であることがより好ましい。(d) の重量割合が 10 以下のときに、より好ましい低引火性を達成でき、0.1 以上のときに安定剤、融点降下剤としてのより好ましい効果が得られる。さらに好ましい配合重量比 { (a) + (b) + (c) } / (d) は、93/7 ~ 99/1 である。

【0039】また、洗浄剤および組成物 (f) の酸化劣化を防ぐ目的で成分 (e) を添加することができる。成分 (e) としては、例えば、以下に示す種類ごとに例示することができる。フェノール系酸化防止剤としては、1-オキシ-3-メチル-4-イソプロピルベンゼン、2, 4-ジメチル-6-*t*-ブチルフェノール、2, 6-ジ-*t*-ブチルフェノール、*p*-チルヒドロキシアニソール、2, 6-ジ-*t*-ブチル-*p*-クレゾール、2, 6-ジ-*t*-ブチル-4-エチルフェノール、2, 6-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシメチルフェノール、トリエチレングリコール-ビス [3- (3-*t*-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート、1, 6-ヘキサジオール-ビス [3- (3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート]、オクタデシル-3- (3, 5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート等の化合物を挙げることができる。

【0040】アミン系酸化防止剤としては、ジフェニル-*p*-フェニレン-ジアミン、4-アミノ-*p*-ジフェニルアミン、*p*, *p*'-ジ-*o*-クチルジフェニルアミン等の化合物を挙げることができる。リン系酸化防止剤としては、フェニルイソデシルホスファイト、ジフェニルジイソデシルホスファイト、トリフェニルホスファイト、トリスノニルフェニルホスファイト、ビス (2, 4-ジ-*t*-ブチルフェニル) ペンタエリストールジホスファイト等の化合物を挙げることができる。

【0041】イオウ系酸化防止剤としては、ジラウリル-3, 3'-チオジプロピオン酸エステル、ジトリデシル-3, 3'-チオジプロピオン酸エステル、ジミリスチル-3, 3'-チオジプロピオン酸エステル、ジステアリル-3, 3'-チオジプロピオン酸エステル等の化合物を挙げることができる。紫外線吸収剤としては、4-ヒドロキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシ-4'-クロロベンゾフェノン、2, 2'-ヒドロキシ-4-*n*-オクトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-*n*-オクトキシベンゾフェノン、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、5-クロロ-2-ヒドロキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン、4-ドデシル-2-ヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン類、フェニルサ

リシレート、4-*t*-ブチルフェニルサリシレート、4-*o*-クチルフェニルサリシレート、ビスフェノールA-ジ-サリシレート等のフェニルサリシレート類および2- (5-メチル-2-ヒドロキシフェニル) ベンゾトリアゾール、2- [2-ヒドロキシ-3, 5-ビス (α, α'-ジメチルベンジル) フェニル] -2H-ベンゾトリアゾール、2- (3, 5-ジ-*t*-ブチル-2-ヒドロキシフェニル) ベンゾトリアゾール、2- (3-*t*-ブチル-5-メチル-2-ヒドロキシフェニル) -5-クロロベンゾトリアゾール、2- (3, 5-ジ-*t*-アミル-2-ヒドロキシフェニル) ベンゾトリアゾール、2- (2'-ヒドロキシ-4'-*t*-*o*-クチルフェニル) ベンゾトリアゾール、2- (2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル) ベンゾトリアゾール、2- (2'-ヒドロキシ-5'-*t*-*o*-クチルフェニル) ベンゾトリアゾール等のベンゾトリアゾール類を挙げることができる。

【0042】これら例示された化合物のなかで、フェノール系酸化防止剤の添加効果が高く、特に2, 6-ジ-*t*-ブチル-*p*-クレゾールが好ましい。また、洗浄剤を連続して加熱使用する蒸気洗浄等の場合には、フェノール系酸化防止剤およびアミン系酸化防止剤の群から選ばれた少なくとも一種以上とリン系酸化防止剤およびリン系酸化防止剤の群から選ばれた一種以上を併用することによって、長期間洗浄剤の酸化分解を抑制することが可能となる。

【0043】成分 (e) を添加する場合には { (a) + (b) + (c) + (d) } に対して、1 ~ 1000 ppm、より好ましくは10 ~ 1000 ppmである。本発明の洗浄剤は、上述した (a) ~ (e) 各成分を定法に従って混合し均一化して得られる。また、組成物 (f) は上述した成分 (a) 単独、または (a)、(d) 及び (e) の各成分を定法に従って混合し均一化して得られる。

【0044】組成物 (f) において、成分 (a) に成分 (d) を添加する場合には (a) / (d) の重量割合の範囲が 90/10 ~ 99.9/0.1 であることがより好ましい。(d) の重量割合が 10 より小さいときにより好ましい低引火性を達成でき、0.1 より大きいときに安定剤、融点降下剤としての、より好ましい効果が得られる。さらに好ましい重量割合の範囲は 93/7 ~ 99/1 である。組成物 (f) において成分 (e) を添加する場合には { (a) + (d) } に対して、1 ~ 1000 ppm、より好ましくは10 ~ 1000 ppmである。

【0045】本発明の洗浄剤および組成物 (f) の融点は 15℃ 以下が好ましいが、冬期使用することも考慮すると 10℃ 以下がより好ましく、さらに好ましくは 5℃ 以下である。また、本発明の洗浄剤はあらゆる汚れに対して優れた洗浄性を示すが、特にフラックスなどの樹脂

類の洗浄に適している。本発明の洗浄剤および組成物 (f) には、必要に応じて各種助剤、例えば、界面活性剤、安定剤、消泡剤等を必要に応じて添加しても良い。

【0046】以下に本発明の洗浄剤および組成物 (f) に添加できる各種助剤の具体例を例示する。界面活性剤としては、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤及び両性界面活性剤を添加しても良い。アニオン系界面活性剤としては、炭素数が 6 ~ 20 の脂肪酸、ドデシルベンゼンスルホン酸等のアルカリ金属、アルカノールアミンおよびアミン塩等が挙げられる。カチオン系界面活性剤としては、第 4 級アンモニウム塩等が挙げられる。ノニオン系界面活性剤としては、アルキルフェノール、炭素数が 8 ~ 18 の直鎖または分岐の脂肪族アルコールのエチレンオキサイド付加物、ポリエチレンオキサイドポリプロピレンオキサイドのブロックポリマー等が挙げられる。両性界面活性剤としては、ベタイン型、アミノ酸型等が挙げられる。

【0047】安定剤としてはニトロメタン、ニトロエタン等のニトロアルカン類、ブチレンオキサイド等のエポキシド類、1, 4-ジオキサン等のエーテル類、トリエタノールアミン等のアミン類、ベンゾトリアゾール類等が挙げられる。消泡剤としては、自己乳化シリコン、シリコン、脂肪酸、高級アルコール、ポリプロピレングリコールポリエチレングリコールおよびフッ素系界面活性剤等が挙げられる。

【0048】本発明の洗浄剤及び組成物 (f) は、以下に示す洗浄方法及び洗浄装置を利用することによって、最も効果的な洗浄を行うことができる。本発明の洗浄方法は、被洗浄物に付着したあらゆるタイプの汚れを (a) メチルパーフルオロブチルエーテルおよび/またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルに化合物 (b) を含有し、必要に応じて化合物 (c)、(d) 1.013×10^5 Pa における沸点が $20^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ の添加成分および (e) フェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、イオウ系酸化防止剤および紫外線吸収剤を添加することによって、優れた洗浄性を示し、かつ、引火点を有さない洗浄剤で洗浄したのち、汚れ成分等を発明の第六に記載の組成物 (f) または発明の第七に記載の組成物 (f) で被洗浄物をリンスおよび/または蒸気洗浄することの特徴としている。

【0049】組成物 (f) は成分 (a) を含有する組成であれば、いかなる組成でもよいが、必要に応じて組成を使い分けることができ、例えば、被洗浄表面での洗浄剤成分の残留やシミの抑制を重視する場合には揮発性の高い成分 (a) のみからなる組成が好ましく、イオン性残渣洗浄性を重視する場合には成分 (a) に (d) 1.013×10^5 Pa における沸点が $20^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ の添加成分を添加することが好ましい。洗浄工程及びリンス工程には洗浄性、リンス性を向上することを目的とした手拭き、浸漬、スプレー、シャワー等の物理的な方法を

組み合わせることにより、効果的な洗浄が可能となる。本発明の洗浄方法は本発明の洗浄剤を使用する上で、洗浄性及び乾燥性に優れ、被洗浄物の材質に対する影響も少なく、最も適した洗浄方法と言える。

【0050】本発明の洗浄方法を実施する装置としては、これまでトリクロロエタン、CFC113等の塩素系洗浄剤で使用されていた3槽式洗浄機等の一般的な洗浄機であれば使用することが可能であり、洗浄装置を限定するものではないが、具体的な洗浄装置の事例として、図1に示した本発明の第八に記載の洗浄装置、図2に示した本発明の第九に記載の洗浄装置および図3に示した本発明の第十に記載の洗浄装置を挙げることができる。

【0051】以下に本発明の洗浄方法及び洗浄装置を添付図面によって具体的に説明する。図1に示す洗浄装置は、主な構造として洗浄液を入れる洗浄槽 (A) 1、組成物 (f) を入れるリンス槽 (B) 2 及び蒸気発生槽 3、組成物 (f) の蒸気に満たされる蒸気ゾーン 4、蒸発した組成物 (f) を冷却管 9 によって凝縮し、凝縮した液と冷却管に付着した水とを静置分離するための水分離槽 (C) 5 からなる。実際の洗浄においては被洗浄物を専用のジグやカゴ等に入れて、洗浄装置内を洗浄槽 (A) 1、リンス槽 (B) 2、蒸気ゾーン 4 の順に通過させながら洗浄を完了させる。

【0052】洗浄槽 (A) 1 では、本発明の洗浄剤をヒーター 7 で加熱昇温し、一定温度にコントロールしながら被洗浄物に付着した汚れを超音波振動子 8 により発生したキャビテーションで洗浄除去する。この時、物理的な力としては超音波以外に揺動や洗浄剤の液中噴流等のこれまでの洗浄機に採用されているいかなる方法を使用しても良い。本洗浄装置においては被洗浄物を洗浄槽 (A) 1 からリンス槽 (B) 2 に移動する時、洗浄剤成分が被洗浄物表面に付着していることにより、被洗浄物表面での乾燥による汚れ成分の固着を防止しつつ、リンス槽 (B) 2 へ移動することが可能となる。

【0053】リンス槽 (B) 2 では、被洗浄物に付着している洗浄剤中に溶解している汚れ成分を本発明の組成物 (f) で除去する。組成物 (f) は、リンス槽 (B) 2 からオーバーフロー配管 11、16、12 を通って蒸気発生槽 3 に入り、蒸気発生槽 3 のヒーター 6 で加熱沸騰され、その組成の一部または全部が蒸気となって矢印 13 のように冷却管 9 で凝縮された後、配管 14 から水分離槽 (C) 5 に集まり水と分離された上で、配管 15 を通ってリンス槽 (B) 2 に戻る。

【0054】この組成物 (f) を洗浄装置内で液体や気体に状態変化させながら循環することによって、リンス槽 (B) 2 に持ち込まれた洗浄剤成分や汚れ成分を連続的に蒸気発生槽 3 に蓄積し、リンス槽 (B) 2 の清浄度の維持や蒸気ゾーン 4 における蒸気洗浄が可能となる。蒸気発生槽 3 で発生した蒸気に満たされた蒸気ゾーン 4

で行う蒸気洗浄は、被洗物表面で蒸気が凝縮することによりできた液中に汚れ成分が全く含まれないので、洗浄工程最後の仕上げ洗浄として有効である。さらに、洗浄効果を高めるためには、リンス槽(B)2の冷却管10で組成物(f)の温度を低温に保ち、浸漬する被洗物温度を低く抑制することによって、蒸気温度との温度差を広げ凝縮量を増やすことが効果的である。

【0055】本発明の洗浄装置では、洗浄剤と組成物(f)の2種類の液を使用するために独立した浸漬槽構造となっているが、各槽上部の空間を蒸気ゾーンとして共通に使用することにより、洗浄剤からの(a)メチルパーフルオロブチルエーテルおよび/またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルの蒸発ロスを抑制し、結果として洗浄剤の組成変動を減少し、長期連続使用することが可能となる。次に図2に示す洗浄装置は、主な構造として洗浄液を入れる洗浄槽(A)17、組成物(f)を入れるリンス槽(B)18、洗浄剤の蒸気に満たされる蒸気ゾーン(D)19、蒸発した洗浄剤を冷却管23によって凝縮し、凝縮した液と冷却管に付着した水とを静置分離するための水分離槽(C)20からなる。実際の洗浄においては被洗物を専用のジグやカゴ等に入れて、洗浄装置内を洗浄槽(A)17、リンス槽(B)18、蒸気ゾーン(D)19の順に通過させながら洗浄を完了させる。リンス槽数については精密洗浄等の高い清浄度が求められる場合には必要に応じて2槽以上に増やしても良い。

【0056】洗浄槽(A)17では、本発明の洗浄剤をヒーター21で加熱し、沸騰状態で被洗物に付着した汚れを洗浄除去する。この時、物理的な力としては揺動や洗浄剤の液中噴流等のこれまでの洗浄機に採用されている物理的な力であればいかなる方法を使用しても良い。本洗浄装置では被洗物を洗浄槽(A)17からリンス槽(B)18に移動する時、洗浄剤成分が被洗物表面に付着することにより、被洗物表面での乾燥による汚れ成分の固着を防止しつつ、リンス槽(B)18へ移動することが可能となる。

【0057】洗浄剤は、洗浄槽(A)17のヒーター21で加熱沸騰され、その組成の一部または全部が蒸気となって矢印25のように蒸気ゾーン(D)19を満たした後、冷却管23で凝縮された後、配管26から水分離槽(C)20に集まり水と分離された上で、配管27を通して、一旦リンス槽(B)18に戻された後、該リンス槽(B)18からオーバーフローして矢印28のように最終的に洗浄槽(A)17に戻される。

【0058】このように図2に示す洗浄装置は図1に示した洗浄装置と異なり、洗浄剤と組成物(f)が洗浄槽(A)17において混合することを特徴とし、洗浄剤と組成物(f)に含まれる(a)塩素原子を含有しない含フッ素化合物と(d)1.013×105Paにおける沸点が20℃～100℃の添加成分は同一成分とする

ことが好ましい。この洗浄剤と組成物(f)に含まれる(a)メチルパーフルオロブチルエーテルおよび/またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルと(d)1.013×105Paにおける沸点が20℃～100℃の添加成分を洗浄装置内で循環させ、且つ、リンス槽

(B)18内の組成物の一部を洗浄槽(A)17にオーバーフローさせることによって、蒸気ゾーン(D)19における蒸気洗浄が可能となるのみならず、被洗物によりリンス槽(B)18に持ち込まれた洗浄剤中の(b)グリコールエーテル類、(c)グリコールエーテルアセテート類及びヒドロキシカルボン酸エステル類及び(e)フェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤、リン系酸化防止剤、イオウ系酸化防止剤及び紫外線吸収剤を連続的に洗浄槽(A)17に戻すことが可能となり、洗浄槽(A)17内の洗浄剤、及びリンス槽(B)18の組成物(f)の組成を一定に保つことができる。

【0059】洗浄槽(A)17で発生した蒸気に満たされた蒸気ゾーン(D)19で行う蒸気洗浄は、被洗物表面で蒸気が凝縮したことによりできた液中に汚れ成分が全く含まれないので、洗浄工程最後の仕上げ洗浄として有効である。さらに、洗浄効果を高めるためには、リンス槽(B)18の冷却管24で組成物(f)の温度を低温に保ち、被洗物温度を低くすることによって、蒸気温度との温度差を広げ凝縮量を増やすことが効果的である。

【0060】次に図3に示す洗浄装置は、主な構造として洗浄液を入れる洗浄槽(A)29、洗浄剤の蒸気に満たされる蒸気ゾーン(D)30、蒸発した洗浄剤を冷却管34によって凝縮し、凝縮した液と冷却管に付着した水とを静置分離するための水分離槽(C)31、水分離槽(C)31で静置分離された凝縮液をシャワーリンスするためのポンプ33とからなる。実際の洗浄においては被洗物を専用のジグやカゴ等に入れて、洗浄装置内を洗浄槽(A)29、蒸気ゾーン(D)30の順に移動しながら洗浄を完了させる。

【0061】洗浄槽(A)29では、本発明の洗浄剤をヒーター32で加熱し、沸騰状態で被洗物に付着した汚れを洗浄除去する。この時、物理的な力としては揺動や洗浄剤の液中噴流等のこれまでの洗浄機に採用されている物理的な力であれば、いかなる方法を使用しても良い。蒸気ゾーン(D)30では、主に本発明の洗浄剤に含まれる(a)メチルパーフルオロブチルエーテルおよび/またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルや(d)1.013×105Paにおける沸点が20℃～100℃の添加成分等の蒸気圧の高い成分の蒸気を冷却管34で凝縮させ水分離槽(C)31に集めた後、これら凝縮液をポンプ33で配管38、39に送液し、シャワーノズル40、41から被洗物にシャワーすることによって、被洗物に付着している洗浄剤中に溶解している汚れ成分をリンスする。凝縮液は、水分離槽(C)31

に集められた後、配管37およびポンプ33から洗浄槽(A)29に入りヒーター32で加熱沸騰され、蒸気となって矢印35のように冷却管34で凝縮された後、配管36から水分離槽(C)31に戻る。

【0062】洗浄槽(A)29で発生した蒸気に満たされた蒸気ゾーン(D)30で行う蒸気洗浄は、被洗物表面で凝縮する液中に汚れ成分が全く含まれないので、洗浄工程最後の仕上げ洗浄として有効である。本発明の洗浄装置では、洗浄剤に含まれる(a)メチルパーフルオロプロピルエーテルおよび/またはメチルパーフルオロイソプロピルエーテルや(d)1.013×10⁵ Paにおける沸点が20℃～100℃等の蒸気圧の高い成分が主に洗浄装置内で液体や気体に状態変化させながら循環することによって、被洗物に付着しているわずかに残留している可能性の有る汚れ成分を組成物(f)、及びリンス槽(B)を使用せずにリンス及び蒸気洗浄が可能である。

【0063】前記図1～3に示した各洗浄装置はその目的や用途によって使い分けことができ、高洗浄度が求められるような精密洗浄等では、洗浄槽(A)およびリンス槽(B)を1槽または2槽以上にした洗浄装置がより好ましい。

【0064】

【発明の実施の形態】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。なお、洗浄剤の各種物性は以下のようにして測定、評価した。

【実施例1～11及び比較例1～9】(1)引火点 JIS K 2265に従い、測定温度80℃まではタグ密閉式、測定温度81℃以上はクリーブランド開放式で引火点の測定を行った。評価は以下の基準による。

○：引火点なし

×：引火点あり

【0065】(2)地球温暖化係数(100年積算) 地球温暖化係数とは二酸化炭素を基準として、二酸化炭素の温暖化係数を「1」とした場合の相対値を表し、洗浄剤中の10重量%以上の溶剤について評価する。評価は以下の基準による。

○：350未満

×：350以上

【0066】(3)フラックス溶解性試験

フラックスを加熱して、イソプロパノール等の溶剤成分を蒸発乾固したのち、約0.2gのペレットを作成する。これを60℃の洗浄剤5mlで2分間揺動洗浄(200回/分)し、メチルパーフルオロプロピルエーテルおよびメチルパーフルオロイソプロピルエーテルの混合物(商品名：HFE7100、住友スリーエム(株)製)でリンスした後、エアブローして乾燥する。溶解性は試験の前後にペレットの重量を測定し、以下の計算式で計算する。

フラックス溶解性(%) = [(試験前重量 - 試験後重

量) / 試験前重量] × 100

評価は以下の基準による。

○：40%以上

×：40%未満

試験に用いたフラックスの商品名：JS-64ND

(株)弘輝製

【0067】(4)脱脂力試験

30メッシュのステンレス金網(60×30mm)に下記金属加工油を含浸させ、100℃で30分加熱する。これを、40℃の洗浄剤500mlで3分揺動洗浄(80回/分)し、メチルパーフルオロプロピルエーテルおよびメチルパーフルオロイソプロピルエーテルの混合物(商品名：HFE7100、住友スリーエム(株)製)でリンスした後、HFE7100で蒸気洗浄して乾燥する。洗浄前後の付着油分量から下記計算式で脱脂率を計算する。

試験に用いた金属加工油：ユシロンフォーマーFH7500(商品名、ユシロ化学工業株式会社製)

脱脂率(%) = {(洗浄前油分量 - 洗浄後油分量) / 洗浄前油分量} × 100

評価は以下の基準による。

◎：90%以上

○：80%以上90%未満

×：80%未満

【0068】

【実施例1～11】表1に記載の組成で各成分を混合し、目的の洗浄剤を得た。各洗浄剤について、評価試験を行ない、結果を表1にまとめた。(a)メチルパーフルオロプロピルエーテルおよび/またはメチルパーフルオロイソプロピルエーテルと、(b)グリコールエーテル類から選ばれる一種、または二種以上の化合物の組み合わせを、均一混合することにより、引火点を消去した上で、ロジン、重合ロジン、ロジンの金属塩、アミンの塩酸塩および有機酸等のフラックスおよび、金属加工油に対する優れた洗浄性が確認された。

【0069】さらに(c)グリコールエーテルアセート類、ヒドロキシカルボン酸エステル類から選ばれる一種以上の化合物を併用して添加することにより、より高い洗浄効果の得られることが確認された。また、(d)1.013×10⁵ Paにおける沸点が20℃～100℃の成分を添加することによって、成分(b)や成分(c)の添加量を抑制した上で、優れた洗浄性が得られた。

【0070】

【比較例1】表2に記載の溶剤について実施例と同じ評価試験を行った。結果を表2にまとめた。メチルパーフルオロプロピルエーテルとメチルパーフルオロイソプロピルエーテルの混合物では、フラックス溶解性および脱脂性のいずれも不十分であった。

【0071】

【比較例2～4】表2に記載の組成で各成分を混合し洗浄剤を得た。この洗浄剤について実施例と同じ評価試験を行った。結果を表2にまとめた。不燃性のフッ素系溶剤に(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物ではなく、エチルパーフルオロブチルエーテルとエチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物を使用した場合、洗浄剤が引火点を有することが確認された。

【0072】

【比較例5】表2に記載の組成で各成分を混合し洗浄剤を得た。この洗浄剤について実施例と同じ評価試験を行った。結果を表2にまとめた。不燃性のフッ素系溶剤に(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物ではなく、鎖状のHFCである、2H, 3H-パーフルオロペンタンを使用した場合、地球温暖化係数が350を越えた。

【0073】

【比較例6～9】表2に記載の組成で各成分を混合し洗浄剤を得た。この洗浄剤について実施例と同じ評価試験を行った。結果を表2にまとめた。(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物と、成分(b)として用いたグリコールエーテル類の配合重量比(a)/(b)が、10/90～49/51の範囲外では、いずれもフラックス溶解性および/または脱脂性が不十分であった。

【0074】[実施例12～13及び比較例10]

(5) 実機洗浄試験1

図1に示す洗浄装置の洗浄槽(A)1に所定の組成の洗浄剤を入れ、リンス槽(B)2、蒸気発生槽3および水分離槽(C)5に所定の組成物(f)を入れ、重合ロジン、およびロジン金属塩等、白色残渣の原因となる汚れに対する洗浄性について、以下の操作及び洗浄条件により測定した。

【0075】操作

・フラックス洗浄性評価

ガラスエポキシ製プリント基板(35mm×48mm)をフラックスに片面浸漬し風乾した後、250℃でハンダ付けして作成した試験片を上記洗浄装置を用いて洗浄し、組成物(f)でリンスした後、蒸気洗浄して乾燥する。洗浄性はイオン性残渣(単位: $\mu\text{gNaCl}/\text{sqin}$)をオメガメーター(600R-SC、アルファメタルズ社製)で測定し、その測定値を「 β 」とする。評価は以下の基準による。

◎: $\beta \leq 7$

○: $7 < \beta \leq 14$

×: $\beta > 14$

試験に用いたフラックスの商品名: JS-64ND

(株) 弘輝製)

【0076】・脱脂洗浄性評価

30メッシュのステンレス金網(10mm×2mm)に

下記金属加工油を含浸させ、100℃で30分間加熱して作成した試験片を上記洗浄装置を用いて洗浄し、組成物(f)でリンスした後蒸気洗浄して乾燥する。洗浄性は目視評価する。評価は以下の基準による。

○: 加工油の残留なし

△: 一部に加工油の残留あり

×: 加工油の残留あり

試験に用いた金属加工油: パーククロエチレン中に染料(ズダン)0.1重量%、ユニカットGH35(商品名、日本石油(株)製)を25重量%含有する液を調整し、試験用金属加工油とした。

洗浄条件

洗浄槽(A)1 : 40℃、2分間超音波洗浄(出力: 110w、周波数: 28kHz)

リンス槽(B)2 : 15℃、2分間浸漬揺動(20回/分)

蒸気ゾーン4 : 2分間静置

【0077】

【実施例12、13】表3に記載の組成で各成分を混合し、目的の洗浄剤および組成物(f)を得た。洗浄剤および組成物(f)を用いて上記評価試験を行ない、結果を表3にまとめた。(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物、(b)グリコールエーテル類から選ばれる化合物を均一混合した洗浄剤と(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物で引火点を有さない組成物(f)で洗浄することにより、フラックス及び油に対する優れた洗浄が確認された。また、組成物(f)において(d)1.013×105Paにおける沸点が20℃～100℃の成分を添加することによって、イオン性残渣量が低減された。

【0078】

【比較例10】表3に記載の洗浄剤及びリンス剤について実施例12、13と同じ評価試験を行った。結果を表3にまとめた。成分(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物だけではフラックス及び油に対する洗浄性がいずれも不十分であった。

【0079】[実施例14～15及び比較例11]

(6) 実機洗浄試験2

図2に示す洗浄装置の洗浄槽(A)17に所定の組成の洗浄剤を入れ、リンス槽(B)18および水分離槽(C)20に所定の組成物(f)を入れ、重合ロジン、およびロジン金属塩等、白色残渣の原因となる汚れに対する洗浄性について、以下の操作及び洗浄条件により測定した。

操作

【0080】・フラックス洗浄性評価

ガラスエポキシ製プリント基板(35mm×48mm)をフラックスに片面浸漬し風乾した後、250℃でハン

ダ付けして作成した試験片を上記洗浄装置を用いて洗浄し、組成物(f)でリンスした後、蒸気洗浄して乾燥する。洗浄性はイオン性残渣(単位: $\mu\text{gNaCl}/\text{sqin}$)をオメガメーター(600R-SC、アルファメタルズ社製)で測定し、その測定値を「 β 」とする。評価は以下の基準による。

◎: $\beta \leq 7$

○: $7 < \beta \leq 14$

×: $\beta > 14$

試験に用いたフラックスの商品名: JS-64ND
(株) 弘輝製

【0081】・脱脂洗浄性評価

30メッシュのステンレス金網(10mm×2mm)に下記金属加工油を含浸させ、100℃で30分間加熱して作成した試験片を上記洗浄装置を用いて洗浄し、組成物(f)でリンスした後蒸気洗浄して乾燥する。洗浄性は目視評価する。評価は以下の基準による。

○: 加工油の残留なし

△: 一部に加工油の残留あり

×: 加工油の残留あり

試験に用いた金属加工油: パーククロエチレン中に染料(ズダン) 0.1重量%、ユニカットGH35(商品名、日本石油(株)製)を25重量%含有する液を調整し、試験用金属加工油とした。

【0082】洗浄条件

洗浄槽(A) 17 : 2分間沸騰洗浄

リンス槽(B) 18 : 15℃、2分間浸漬揺動(20回/分)

蒸気ゾーン(D) 19 : 2分間静置

【0083】

【実施例14、15】表3に記載の組成で各成分を混合し、目的の洗浄剤および組成物(f)を得た。洗浄剤および組成物(f)を用いて上記評価試験を行ない、結果を表3にまとめた。(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物と、(b)グリコールエーテル類から選ばれる化合物を均一混合した洗浄剤、(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物で引火点を有さない組成物(f)および該洗浄剤を沸騰することによって発生する蒸気および凝縮液で洗浄することにより、フラックス及び油に対する優れた洗浄性が確認された。また、組成物(f)において、(d)1.013×105Paにおける沸点が20℃～100℃の成分を添加することによって、イオン性残渣量が低減された。

【0084】

【比較例11】表3に記載の洗浄剤について実施例14、15と同じ評価試験を行った。結果を表3にまとめた。成分(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物だけでは

フラックス及び油に対する洗浄性がいずれも不十分であった。

【0085】【実施例16及び比較例12】

(7) 実機洗浄試験3

図3に示す洗浄装置の洗浄槽(A)29及び水分離槽(C)31に所定の組成の洗浄剤を入れ、洗浄槽(A)の洗浄剤をヒーター32により加熱沸騰させ、1時間空運転を行い水分離槽(C)31の洗浄剤に含まれる成分(a)、成分(b)、成分(c)および成分(e)の中で蒸気圧の低い成分の濃度を低下させた上で、重合ロジン、およびロジン金属塩等、白色残渣の原因となる汚れに対する洗浄性について、以下の操作及び洗浄条件により測定した。

【0086】操作

・フラックス洗浄性評価

ガラスエポキシ製プリント基板(35mm×48mm)をフラックスに片面浸漬し風乾した後、250℃でハンダ付けして作成した試験片を上記洗浄装置を用いて洗浄剤で洗浄し、該洗浄剤を沸騰することによって発生する凝縮液でリンスした後、蒸気洗浄して乾燥する。洗浄性はイオン性残渣(単位: $\mu\text{gNaCl}/\text{sqin}$)をオメガメーター(600R-SC、アルファメタルズ社製)で測定し、その測定値を「 β 」とする。評価は以下の基準による。

◎: $\beta \leq 7$

○: $7 < \beta \leq 14$

×: $\beta > 14$

試験に用いたフラックスの商品名: JS-64ND
(株) 弘輝製

【0087】・脱脂洗浄性評価

30メッシュのステンレス金網(10mm×2mm)に下記金属加工油を含浸させ、100℃で30分間加熱して作成した試験片を上記洗浄装置を用いて洗浄剤で洗浄し、該洗浄剤を沸騰することによって発生する凝縮液でリンスした後、蒸気洗浄して乾燥する。洗浄性は目視評価する。評価は以下の基準による。

○: 加工油の残留なし

△: 一部に加工油の残留あり

×: 加工油の残留あり

試験に用いた金属加工油: パーククロエチレン中に染料(ズダン) 0.1重量%、ユニカットGH35(商品名、日本石油(株)製)を25重量%含有する液を調整し、試験用金属加工油とした。

【0088】洗浄条件

洗浄槽(A) 17 : 2分間沸騰洗浄

蒸気ゾーン(D) 19 : 2分間シャワーリンス(5L/分)後、2分間静置

【0089】

【実施例16】表3に記載の組成で各成分を混合し、目的の洗浄剤を得た。洗浄剤を用いて上記評価試験を行な

い、結果を表3にまとめた。(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物と、(b)グリコールエーテル類から選ばれる化合物を均一混合した洗浄剤と該洗浄剤を沸騰することによって発生する蒸気および凝縮液で洗浄することにより、フラックス及び油に対する優れた洗浄が確認された。また、該洗浄剤を沸騰することによって発生する蒸気および凝縮液中には成分(b)をほとんど含まず、該凝縮液でシャワーリンスすることによって十分なリンス

性が得られた。

【0090】

【比較例12】表3に記載の洗浄剤について実施例16と同じ評価試験を行った。結果を表3にまとめた。成分(a)メチルパーフルオロブチルエーテルとメチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物だけではフラックス及び油に対する洗浄性がいずれも不十分であった。

【0091】

【表1】

成分(重量%)		実施例										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
成分a	メチル ¹ -フルオロ ² ブチルエーテルと	45	40	30	20	20	10	20	44	35	20	19.95
	メチル ¹ -フルオロ ² イソブチルエーテルの混合物 (商品名:HFE7100、住友シリ-IA(株)製)											
成分b	ジ ³ エチレン ⁴ リコ-ル ⁵ ジ ⁶ エチルエーテル	55	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	ジ ³ エチレン ⁴ リコ-ル ⁵ ジ ⁶ -n-ブチルエーテル	—	—	40	—	—	—	—	—	—	—	—
	ジ ³ プロピレニ ⁴ リコ-ル ⁵ メチルエーテル	—	60	—	—	—	—	—	55	55	—	—
	ジ ³ エチレン ⁴ リコ-ルモノ- ⁵ -n-ブチルエーテル	—	—	—	80	—	—	—	—	—	—	—
	ジ ³ プロピレニ ⁴ リコ-ルモノ- ⁵ -n-ブチルエーテル	—	—	—	—	—	90	79	—	—	60	60
	ジ ³ プロピレニ ⁴ リコ-ルモノ- ⁵ -n-ブチル ⁶ エーテル	—	—	30	—	80	—	—	—	—	—	—
成分c	3-メトキシ-3-メチル ⁷ ブチルエーテル	—	—	—	—	—	—	—	—	10	—	—
	乳酸ブチル	—	—	—	—	—	—	—	—	—	20	20
成分d	エタノール(沸点 78.3℃)	—	—	—	—	—	—	—	1	—	—	—
	メチルエチルケトン(沸点 79.6℃)	—	—	—	—	—	—	1	—	—	—	—
成分e	2,6-ジ ⁸ - ⁹ - ¹⁰ チル-p-クレゾ ¹¹ - ¹²	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.05
(1) 引火点		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
(2) 地球温暖化係数		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
(3) フラックス溶解性		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
(4) 脱脂性		○	○	○	○	○	○	○	○	●	●	●

【0092】

【表2】

成分 (重量%)		比較例								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
成分 a	メチルパーフルオロブチルエーテルと メチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物 (商品名:HFE7100、住友スリーエム(株)製)	100	—	—	—	—	50	50	70	50
	ジエチレングリコールモノエチルエーテル	—	85	—	15	—	—	—	—	—
成分 b	ジエチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル	—	—	—	—	—	25	—	—	—
	ジブチルグリコールモノメチルエーテル	—	—	—	—	—	25	—	—	—
	ジブチルグリコールモノ-i-ブチルエーテル	—	—	—	—	—	—	—	30	50
	ジブチルグリコールモノ-i-ブチルエーテル	—	—	85	—	—	—	—	—	—
	ジブチルグリコールジエチルエーテル	—	—	—	—	85	—	—	—	—
	ジブチルグリコールエチルメチルエーテル	—	—	—	—	—	—	25	—	—
	ジブチルグリコールエチルブチルエーテル	—	—	—	—	—	—	25	—	—
	エチルパーフルオロブチルエーテルと エチルパーフルオロイソブチルエーテルの混合物 (商品名:HFE7200、住友スリーエム(株)製)	—	15	15	85	—	—	—	—	—
	2H,3H-パーフルオロヘキサン (商品名:ハートレックス、 三井テクノロジーズ(株)製)	—	—	—	—	15	—	—	—	—
(1) 引火点		○	×	×	×	○	○	○	○	○
(2) 地球温暖化係数		○	○	○	○	×	○	○	○	○
(3) フラックス溶解性		×	○	○	×	○	×	○	×	×
(4) 脱脂性		×	○	○	×	○	×	×	×	×

【0093】

【表3】

成 分 (重量%)			実施例					比較例		
			1 2	1 3	1 4	1 5	1 6	1 0	1 1	1 2
洗 浄 剤 組 成	a	メチルハ [○] -フルオロブ [○] チルエ-テルと メチルハ [○] -フルオロイソブ [○] チルエ-テルの混合物 (商品名:HFE7100、住友スリーエム(株)製)	4 0	4 0	4 0	4 0	4 0	100	100	100
	b	3-メチル-3メトキシブ [○] タノール	3 6	3 6	3 6	3 6	3 6	-	-	-
		ジ [○] ブ [○] ロ [○] ヒ [○] レン [○] グ [○] リコ [○] ル [○] シ [○] メチルエ-テル	2 4	2 4	2 4	2 4	2 4	-	-	-
リ ン ス 剤 組 成	a	メチルハ [○] -フルオロブ [○] チルエ-テルと メチルハ [○] -フルオロイソブ [○] チルエ-テルの混合物 (商品名:HFE7100、住友スリーエム(株)製)	100	9 6	100	9 6	-	100	100	-
	d	イソプロパノール	-	4	-	4	-	-	-	-
(5) 実機洗浄試験 1			フラックス洗浄性							
			○	◎	-	-	-	×	-	-
			脱脂洗浄性							
			○	○	-	-	-	×	-	-
(6) 実機洗浄試験 2			フラックス洗浄性							
			-	-	○	◎	-	-	×	-
			脱脂洗浄性							
			-	-	○	○	-	-	×	-
(7) 実機洗浄試験 3			フラックス洗浄性							
			-	-	-	-	○	-	-	×
			脱脂洗浄性							
			-	-	-	-	○	-	-	×

【0094】

【発明の効果】本発明の洗浄剤は、優れた洗浄性を有するとともに引火点がなく安全である。すなわち、引火点を有さないものの、フラックス等の汚れに対する溶解性に劣る (a) メチルパーフルオロブチルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルに、
(b) グリコールエーテル類から選ばれる化合物の一

種、または二種以上の組み合わせを配合し、かつその配
50 合重量比 (a) / (b) が、10 / 90 ~ 49 / 51 である時に、引火点を有さないというメチルパーフルオロブチルエーテルおよび／またはメチルパーフルオロイソブチルエーテルの特性をそのままに、優れた洗浄性を有する。

【0095】さらにグリコールエーテルアセテート類、ヒドロキシカルボン酸エステル類よりなる群から選ばれる一種以上の化合物を添加することより、より優れた洗

浄性を有する洗浄剤を提供できる。洗浄剤が引火点を有さないで、引火の危険性が低減され、洗浄機等の設備上、引火、爆発等を防ぐための防爆構造とする必要がなく、かつ、既存の洗浄設備をそのまま使用できるため低コストの洗浄システムを確立することが可能となる。

【0096】また、酸化防止剤や $1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$ において沸点が $20^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ の添加成分により、蒸気洗浄時の金属安定性及び酸化劣化抑制効果の向上、洗浄剤の凝固防止等が可能となる。本発明の組成物によれば、引火の危険を全く心配せずにあらゆるタイプの汚

れを容易に被洗物表面から溶解洗浄する事ができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の洗浄剤および洗浄方法を利用した洗浄装置の一例である。

【図2】本発明の洗浄剤および洗浄方法を利用した洗浄装置の一例である。

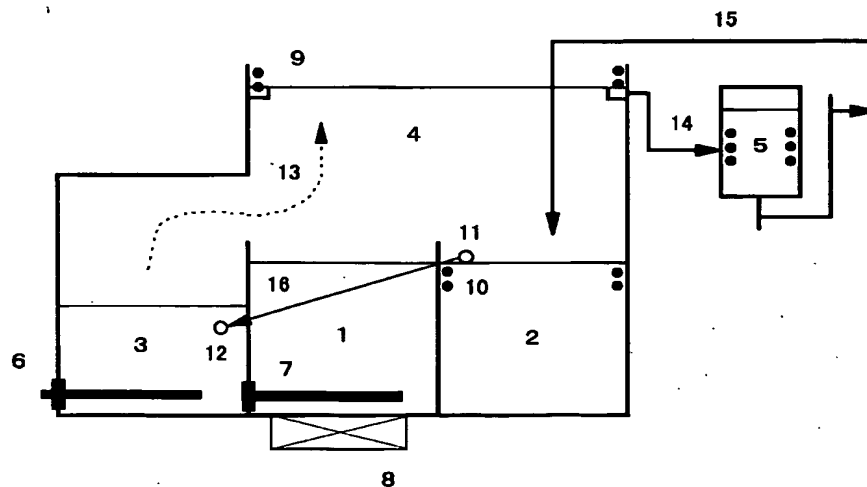
【図3】本発明の洗浄剤および洗浄方法を利用した洗浄装置の一例である。

【符号の説明】

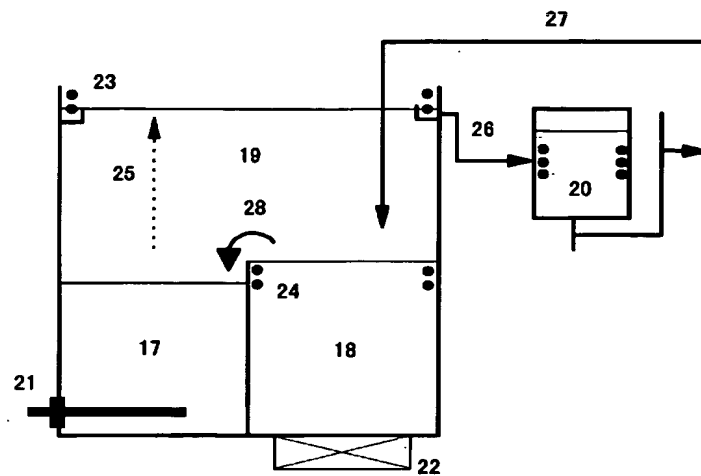
- 1 洗浄槽 (A)
- 2 リンス槽 (B)
- 3 蒸気発生槽
- 4 蒸気ゾーン
- 5 水分離槽 (C)
- 6 ヒーター
- 7 ヒーター
- 8 超音波振動子
- 9 冷却管
- 10 冷却管
- 11 オーバーフロー配管

- 12 オーバーフロー配管
- 13 蒸気の流れ
- 14 凝縮液用配管
- 15 水分離後の凝縮液用配管
- 16 オーバーフロー液用配管
- 17 洗浄槽 (A)
- 18 リンス槽 (B)
- 19 蒸気ゾーン (D)
- 20 水分離槽 (C)
- 21 ヒーター
- 22 超音波振動子
- 23 冷却管
- 24 冷却管
- 25 蒸気の流れ
- 26 凝縮液用配管
- 27 水分離後の凝縮液用配管
- 28 組成物 (f) の流れ
- 29 洗浄槽 (A)
- 30 蒸気ゾーン (D)
- 31 水分離槽 (C)
- 32 ヒーター
- 33 ポンプ
- 34 冷却管
- 35 蒸気の流れ
- 36 凝縮液用配管
- 37 水分離後の凝縮液用配管
- 38 シャワー用の凝縮液配管
- 39 シャワー用の凝縮液配管
- 40 シャワーノズル
- 41 シャワーノズル

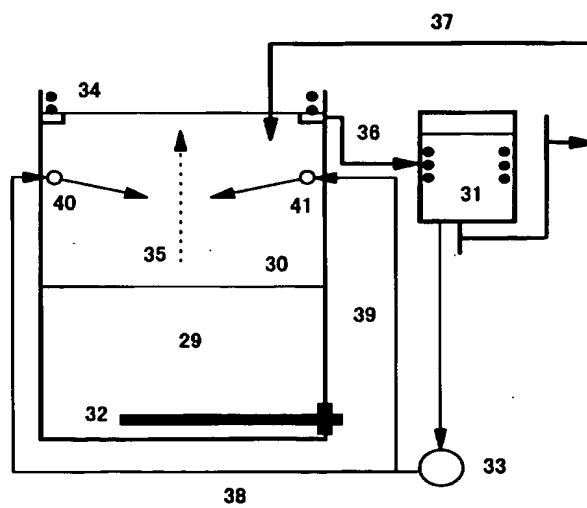
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

C 1 1 D 7/28
7/32
7/34
7/36
C 2 3 G 5/032
5/04

識別記号

F I

C 1 1 D 7/28
7/32
7/34
7/36
C 2 3 G 5/032
5/04

テーマコード(参考)

Fターム(参考) 3B201 AA46 AB01 AB38 AB45 BB04
BB05 BB13 BB21 BB82 BB83
BB92 BB94 BB95 CB15 CC01
CC12 CC21 CD22
4H003 BA12 DA14 DA15 DA16 DB02
DB03 EB03 EB13 EB21 EB23
ED03 ED28 ED29 ED30 ED32
FA01 FA15 FA45
4K053 QA05 QA07 RA04 RA41 RA48
RA52 RA57 RA61 SA06 SA09
SA18 TA13 TA17 XA11 XA15
YA05 ZA10

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.